



SKRIPSI

**ISOLASI SENYAWA TURUNAN SANTON DARI
KAYU BATANG *Garcinia tetranda* Pierre**

**RIZKY VIVIYANTI
NRP 1410 100 068**

**DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Taslim Ersam**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**



SCRIPT

**ISOLATION OF DERIVATIVE XANTHONE FROM
THE STEM WOOD OF *Garcinia tetranda*
Pierre**

**RIZKY VIVIYANTI
NRP 1410 100 068**

**SUPERVISOR
Prof. Dr. Taslim Ersam**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**

LEMBAR PENGESAHAN

ISOLASI SENYAWA TURUNAN SANTON DARI KAYU BATANG *Garcinia tetrandra* Pierre

SKRIPSI

Oleh :

RIZKY VIVIYANTI

1410 100 068

Surabaya, 12 Januari 2015

Menyetujui,
Pembimbing Tugas Akhir,

Prof. Dr. Taslim Ersam

NIP. 195208 16197903 1 004

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia,

Hamzah Fansuri, M. Si., Ph. D

NIP. 19691017 199412 1 001

ISOLASI SENYAWA TURUNAN SANTON DARI KAYU BATANG *Garcinia tetranda* Pierre

Nama Mahasiswa : RIZKY VIVIYANTI
NRP : 1410 100 068
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Taslim Ersam

Abstrak

Garcinia tetranda Pierre adalah salah satu tumbuhan family Clusiaceae yang memiliki kandungan senyawa fenolat seperti santon. Senyawa turunan santon diisolasi menggunakan metode kromatografi kolom gravitasi (KKG), kromatografi lapis tipis (KLT), dan pemurnian menggunakan metode rekristalisasi. Penentuan struktur senyawa menggunakan analisa data spektrum UV, IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$. Senyawa turunan santon yang berhasil diisolasi dari kayu batang *Garcinia tetranda* Pierre adalah 1,3,4,6-tetrahidroksi-5-metoksisanton (124,5 mg) berupa padatan berwarna kuning dengan titik leleh 208-210 °C.

Kata kunci : *Garcinia tetranda* Pierre, fraksinasi, rekristalisasi, santon.

ISOLATION OF DERIVATIVE XANTHONE FROM THE STEM WOOD OF *Garcinia tetranda* Pierre

Student name : RIZKY VIVIYANTI
SIDN : 1410 100 068
Department : Chemistry
Supervisor : Prof. Dr. Taslim Ersam

Abstract

Garcinia tetranda Pierre is one of the family Clusiaceae which contain fenolat compound like xanthone. Derivative xanthone was isolated by gravitation column chromatography, thin liquid chromatography and was purified by recrystallization. The structure was elucidated by analyze of spectroscopy data UV, IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$. A new compound of derivative xanthone was successfully isolated from stem wood of *Garcinia tetranda* Pierre is 1,3,4,6-tetrahydroxy- 5-methoxyxanthenes (124.5 mg) was obtained in yellow powder with melting point 208 – 210 °C.

Keywords : *Garcinia tetranda* Pierre, fractination, recrystallization, xanthone.

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya sehingga penyusunan naskah skripsi yang berjudul **“ISOLASI SENYAWA TURUNAN SANTON DARI KAYU BATANG *Garcinia tetranda* Pierre”** dapat terselesaikan. Tulisan ini tidak akan terselesaikan dengan baik dan lancar tanpa bantuan dan dukungan dari beberapa pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Taslim Ersam, selaku dosen pembimbing yang telah sabar memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah skripsi.
2. Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Dra. Yulfi Zetra, M.S, selaku dosen wali dan ibu pengganti selama perkuliahn yang memberikan pengarahan dalam pengambilan mata kuliah.
4. Ayah dan Ibuk yang senantiasa mendoakan, memberikan semangat, dukungan dan nasehat untuk selalu optimis dalam berjuang
5. Mbak Nourma yang selalu mengajarkan tentang keikhlasan dan kesabaran dalam menjalani setiap proses
6. Erfan Rofianto selaku staf Laboratorium Instrumentasi atas analisa Infra merah.
7. Rahma selaku staf Laboratorium Instrumen Universitas Negeri Surabaya atas analisa UV.
8. Tegar Achsendo selaku karyawan lembaga Penyakit Tropis Universitas Airlangga atas analisa $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$.

9. Edwin Risky S. atas bantuan saran dan kritik dalam penyusunan naskah.
10. Zahidatul M. dan Aviarina, partner terbaik selama pengerjaan di laboratorium dan pengerjaan naskah skripsi.
11. Anggota Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis yang membantu dan memberikan semangat serta saran dalam pengerjaan tugas akhir.
12. Teman-teman seperjuangan C-28, yang selalu memberikan semangat dan bantuan non teknis lainnya terutama Arif dan Stevi.
13. Tim Pemandu Merah Putih serta Tim Fasilitator Patriot atas cerita suka dan duka selama berjuang di kampus ITS.
14. Teman-teman kos Pondok Ayu yang setia mendengarkan keluh kesah selama pengerjaan skripsi.
15. M. Qistyan Purwa P yang selalu menularkan energi positif, memberikan semangat serta bantuan non teknis selama pengerjaan skripsi .
16. Semua pihak yang secara langsung dan tidak langsung telah membantu penulis baik hal teknis maupun non teknis.

Semoga penulisan naskah skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis pada khususnya dan pembaca pada umumnya.

Surabaya, 02 Februari 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .	i
LEMBAR PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	5
1.3 Hipotesis	5
1.4 Tujuan Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Tinjauan Famili Clusiaceae	7
2.2 Tinjauan Genus <i>G. tetranda</i> Pierre	8
2.3 Klasifikasi Senyawa Metabolit Sekunder	12
2.4 Kandungan Senyawa Santon <i>G. tetranda</i> Pierre	13
2.5 Metode Isolasi dan Pemurnian	16
2.5.1 Ekstraksi	16
2.5.2 Kromatografi	17
2.5.2.1 Kromatografi Lapis Tipis	17
2.5.2.1 Kromatografi Kolom	18
2.5.3 Kristalisasi	19
2.5.4 Uji Titik Leleh	20
2.6 Metode Penentuan Struktur	20
2.6.1 Spektroskopi UV-Vis	20
2.6.2 Spektroskopi Infra Merah (IR)	21
2.6.3 Spektroskopi NMR	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1 Alat dan Bahan	23
3.1.1 Alat	23
3.1.2 Bahan	23

3.2 Prosedur Kerja	24
3.2.1 Fraksinasi.....	24
3.2.2 Pemurnian.....	24
3.3 Penentuan Struktur	25
3.3.1 Spektroskopi UV	25
3.3.2 Spektroskopi IR	25
3.3.3 Spektroskopi NMR	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Uji Pendahuluan	26
4.2 Isolasi Senyawa	28
4.3 Penentuan Struktur	30
4.4 Jalur Biogenesis Senyawa-senyawa Hasil Penelitian	
<i>G. tetranda</i> Pierre	37
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	39
5.1 Kesimpulan.....	39
5.2 Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Mapping Senyawa Santon <i>G. tetrandra</i> Pierre	11
Tabel 4.1 Perbandingan Pergeseran Kimia Senyawa 1,3,4,5,8- pentahidroksisanton dengan Senyawa A	35
Tabel 4.2 Perbandingan Pergeseran Kimia Senyawa Bractesanton-IV dengan Senyawa A	36

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Saran Jalur Biogenesis Turunan Senyawa Santon <i>G.tetranda</i> Pierre	4
Gambar 2.1	Jalur Biosintesis Senyawa Santon	9
Gambar 2.2	Kerangka Dasar Senyawa Santon	9
Gambar 4.1	Kromatogram KLT Uji Pendahuluan	27
Gambar 4.2	Kromatogram KLT hasil KKG	28
Gambar 4.3	Kromatogram KLT fraksi gabunga KKG	29
Gambar 4.4	Kromatogram KLT tiga eluen berbeda	29
Gambar 4.5	Spektrum UV Penambahan NaOH	30
Gambar 4.6	Kesetimbangan Keto - Enol	31
Gambar 4.7	Spektrum UV senyawa A dengan penambahan AlCl_3 dan HCl	31
Gambar 4.8	Spektrum IR Senyawa A	33
Gambar 4.9	Jalur Biogenesis Senyawa Santon Tumbuhan <i>G. tetranda</i> Pierre	38

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara kepulauan yang memiliki hutan hujan tropis terbesar kedua setelah Brazilia. Hal tersebut menyebabkan Indonesia lebih dikenal sebagai Negara Megabiodiversitas dengan berbagai macam keanekaragaman hayati (Ersam, 2001). Beragam flora yang ada di Indonesia khususnya tumbuhan tingkat tinggi berpotensi menjadi sumber senyawa kimia (*chemical resources*). Tumbuhan mempunyai peran penting dalam dunia kesehatan, karena tumbuhan merupakan bahan obat tradisional yang telah digunakan oleh banyak kalangan masyarakat. Beberapa tahun terakhir, penggunaan obat tradisional mengalami peningkatan dan lebih diminati. Naiknya harga obat sintetik dan semakin banyak obat palsu yang beredar, menyebabkan masyarakat lebih memilih menggunakan obat tradisional. Alasan lainnya, obat tradisional lebih aman digunakan dan tidak menimbulkan efek samping yang berlebih.

Produk kimia hayati yang dihasilkan oleh tumbuhan tingkat tinggi adalah senyawa metabolit primer dan senyawa metabolit sekunder. Senyawa metabolit primer dimanfaatkan tumbuhan itu sendiri untuk pertumbuhannya (Lenny, 2006). Senyawa metabolit sekunder merupakan hasil biosintesis senyawa metabolit primer. Senyawa metabolit sekunder digunakan tumbuhan untuk pertahanan diri dari lingkungan maupun organisme lain (Murniasih, 2003). Fungsi umum senyawa metabolit sekunder adalah sebagai alat pemikat (*attractant*) serangga untuk membantu penyerbukan, alat penolak (*reppellant*) hama atau hewan pemangsa dan alat pelindung (*protectant*) dari perubahan lingkungan yang ekstrim (Sumaryono, 1999). Senyawa metabolit sekunder yang dihasilkan tumbuhan disesuaikan dengan kondisi lingkungan dan tingkat kebutuhannya (Goh, 1992).

Kelompok utama dari senyawa metabolit sekunder adalah alkaloid, terpenoid, fenolat, dan poliasetat (Dewick, 2002). Pada famili Clusiaceae banyak ditemukan senyawa metabolit

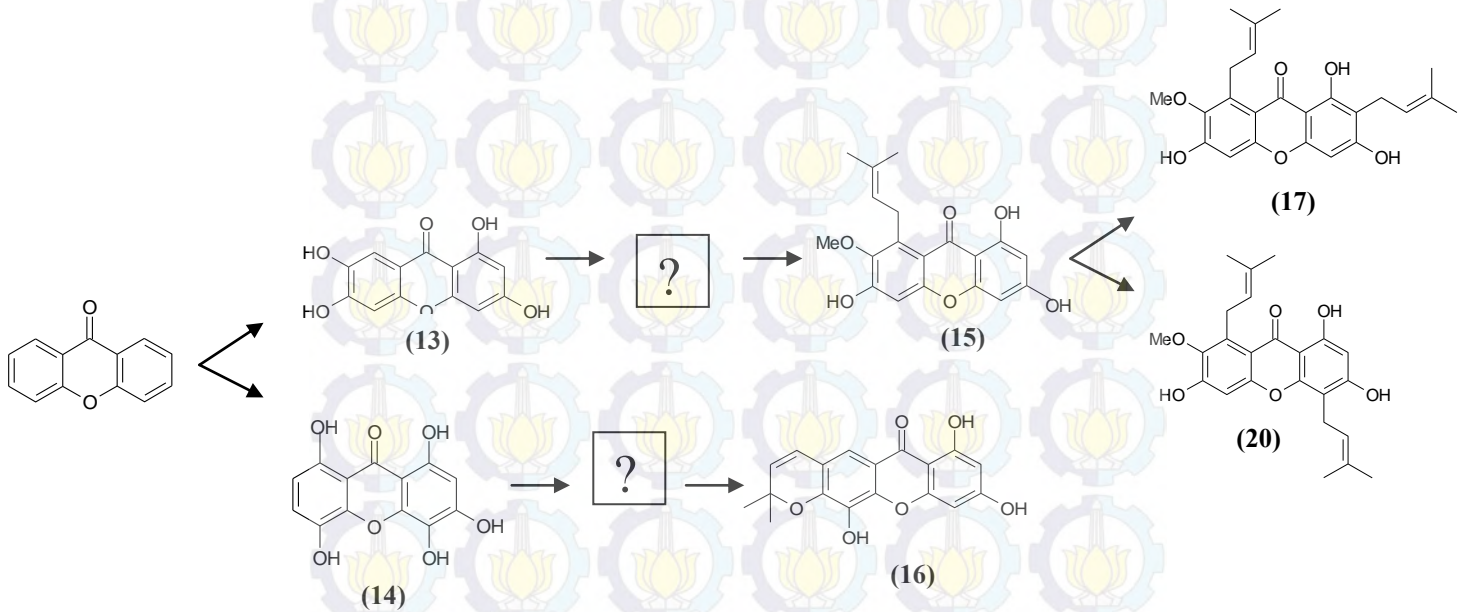
sekunder golongan fenolat seperti flavonoid, santon, benzofenon serta kumarin. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, senyawa metabolit sekunder mempunyai aktivitas biologis dan farmakologis seperti antileukimia, antihipoglisemik (Iinuma, *et al.*, 1996), antimikroba, antimalaria, antioksidan, sitotoksik dan bersifat sebagai penghambat HIV (Kosela, *et al.*, 2000).

Famili Clusiaceae atau yang biasa dikenal sebagai keluarga manggis merupakan tumbuhan yang berpotensi sebagai bahan obat tradisional. Masyarakat Indonesia memanfaatkan setiap bagian dari tumbuhan ini seperti kulit akar untuk obat infeksi, kulit batang untuk obat sakit perut, kulit buah untuk obat diare, seduhan akar dan daun untuk obat rematik, biji buahnya untuk obat penyakit kulit, dan bunganya untuk bahan jamu bersalin (Peres dan Nagem, 1997). Salah satu genus dari famili ini yang sudah digunakan sebagai bahan obat dan banyak tumbuh di Indonesia adalah *Garcinia*. Dari beberapa penelitian yang telah dilakukan, kandungan senyawa metabolit sekunder pada genus *Garcinia* adalah golongan fenolat seperti flavonoid, benzofenon dan santon. Senyawa fenolat yang dihasilkan mempunyai aktivitas farmakologis seperti sitotoksik, antifungal, antimikroba, antioksidan, antimalaria, antiinflamasi, dan anti-HIV (Merza, *et al.*, 2004; Lannang, *et al.*, 2005).

Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis merupakan laboratorium di Jurusan Kimia ITS yang melakukan penelitian di bidang isolasi senyawa bahan alam terutama dari genus *Garcinia*. *Garcinia tetranda* Pierre merupakan spesies dari tumbuhan *Garcinia* dan termasuk tumbuhan endemik Indonesia. Penelitian pada tumbuhan ini telah dilakukan sejak tahun 2005 untuk memperoleh senyawa santon dan turunannya. Senyawa santon dapat terbentuk melalui jalur biogenesis baik jalur asam sikimat maupun asam asetat-malonat (Ersam, 2005). Dua jalur biosintesis ini dimulai dari pengubahan glukosa (metabolit primer) menjadi erytrosa-4-fosfat dan fosfoenol piruvat. Eritrosa-4-fosfat melalui jalur sikimat diubah menjadi asam sikimat dan kemudian teroksidasi menjadi asam sinamat. Senyawa-senyawa santon yang diperoleh dari bagian tumbuhan *G. tetranda* Pierre bermacam-macam karena gugus (substituen) yang terikat pada

kerangka dasar santon berbeda satu sama lainnya. Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan pada bagian kayu batang berhasil diisolasi dua senyawa turunan santon yaitu 1,3,6,7-tetrahidroksisanton (**13**) dan 1,3,4,5,8-pentahidroksisanton (**14**) (Purwaningsih, 2006). Bagian kayu akar *G. tetranda* Pierre diperoleh tiga senyawa turunan santon, yaitu 1,3,6,7-tetrahidroksisanton (**13**), dulsanton D (**15**) dan 1,3,5-trihidroksi-(6,7)-kromanosanton (**16**) (Ryanto, 2006). Penelitian selanjutnya pada bagian kulit batang berhasil mengisolasi senyawa α -mangostin (**17**) (Wahjuni, 2008) dan pada kulit akar berhasil diperoleh senyawa 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-4,8-diprenil santon (**20**) (Rizani, 2006).

Senyawa-senyawa yang telah dilaporkan di atas memiliki pola tertentu pada setiap gugus fungsinya karena mengalami berbagai proses kimia di dalam tumbuhan. Secara biogenesis, senyaw-senyawa tersebut dapat dipetakan sesuai polanya seperti Gambar 1.1. Saran jalur biogenesis pada Gambar 1.1 memperlihatkan adanya keteraturan struktur molekul berdasarkan gugus-gugus yang tersubstitusi pada kerangka dasar santon. Adanya gugus hidroksi, metoksi, prenil, prenil tersiklisasi, ataupun kombinasi dari gugus-gugus tersebut yang tersubsitisi pada posisi berbeda-beda membuat senyawa santon memiliki berbagai macam bentuk. Pada jalur biogenesis masih terdapat turunan santon yang belum ditemukan. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian lanjutan pada tumbuhan *G. tetranda* Pierre untuk memperoleh senyawa turuna santon dari bagian-bagian tumbuhan tersebut sehingga dapat melengkapi jalur biogenesis dan dapat memperkaya keanekaragaman senyawa santon.



Gambar 1.1 Jalur Biogenesis Senyawa Turunan Santon dari *Garcinia tetranda* Pierre

1.2 Permasalahan

Berdasarkan pada jalur biogenesis Gambar 1.1, menunjukkan adanya turunan senyawa santon yang belum ditemukan. Senyawa santon apa yang mungkin diperoleh dari kayu batang *G. tetranda* Pierre sehingga dapat melengkapai jalur biogenesis yang belum terisi.

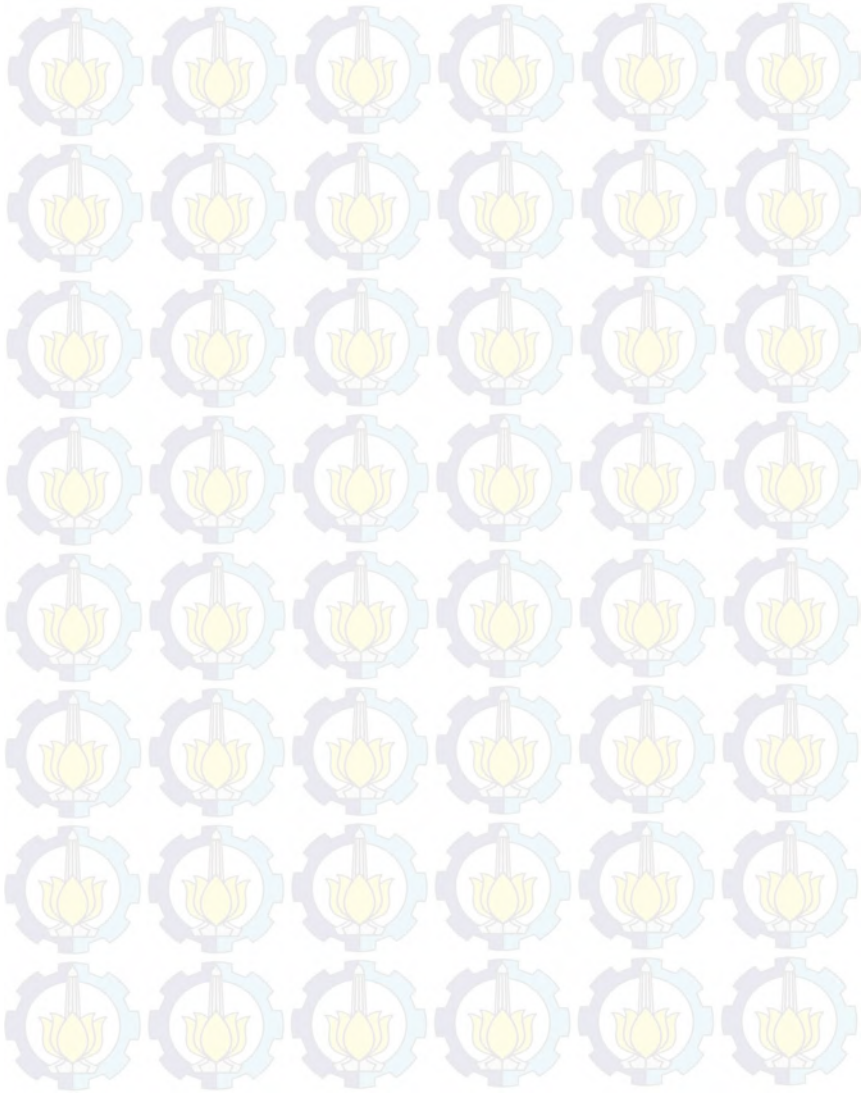
1.3 Hipotesis

Berdasarkan Gambar 1.1 menunjukkan adanya peluang ditemukan senyawa turunan santon dari kayu batang *G. tetranda* Pierre yang belum pernah diperoleh dari penelitian sebelumnya.

1.4 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memperoleh senyawa turunan santon baru dari kayu batang *G. tetranda* Pierre sehingga dapat melengkapai jalur biogenesis (Gambar 1.1) serta dapat menambahkan keanekaragaman senyawa turunan-santon.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Famili Clusiaceae

Famili Clusiaceae termasuk dalam kategori tumbuhan tingkat tinggi yang hidup di daerah tropis maupun subtropis, yakni daerah dengan curah hujan serta suhu yang relatif tinggi (Ampofo dan Watermann, 1986). Morfologi dari famili Clusiaceae berupa tumbuhan semak, perdu yang menghasilkan getah dan kelenjar minyak. Daunnya bersilang dan tulang daun menyirip. Bunganya beraturan, kelopak dan mahkota bunga lepas dengan letak dan susunannya bervariasi. Banyaknya daun kelopak sama dengan daun mahkota, sekitar dua sampai tujuh buah. Benang sari bentuknya beragam dan berjumlah banyak, namun terkadang ada bentuknya yang tidak sempurna sehingga bersifat mandul. Bentuk buah beraneka ragam, seperti buah dapat membuka atau menutup ketika mengalami pematangan (Steenis dkk, 1975).

2.2 Tinjauan Genus *Garcinia tetranda* Pierre

Famili Clusiaceae mempunyai 50 lebih genus dengan 1200 spesies. Genus utama yang terdapat di hutan tropika Indonesia yakni *Callophyllum*, *Mammea*, *Garcinia*, *Cratoxylon* dan *Mesua* (Heyne, 1987). Genus *garcinia* banyak tumbuh di hutan hujan Tropis Asia Tenggara, termasuk di Indonesia (Ampofo dan Waterman, 1986).

Garcinia tetranda Pierre tumbuh hampir di seluruh Pulau Jawa – Indonesia. Tumbuhan ini berupa pohon yg tingginya mencapai 18 meter dengan diameter batang 30 cm. Habitat tumbuhan ini berada di ketinggian 1200 meter di atas permukaan laut (Heyne, 1987)

Divisio	: Spermatophyta
Subdivisio	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Subkelas	: Archichlamydeae
Ordo	: Parietales

Famili : Clusiaceae
Genus : *Garcinia*
Spesies : *Garcinia tertranda* Pierre.

2.3 Klasifikasi Senyawa Metabolit Sekunder

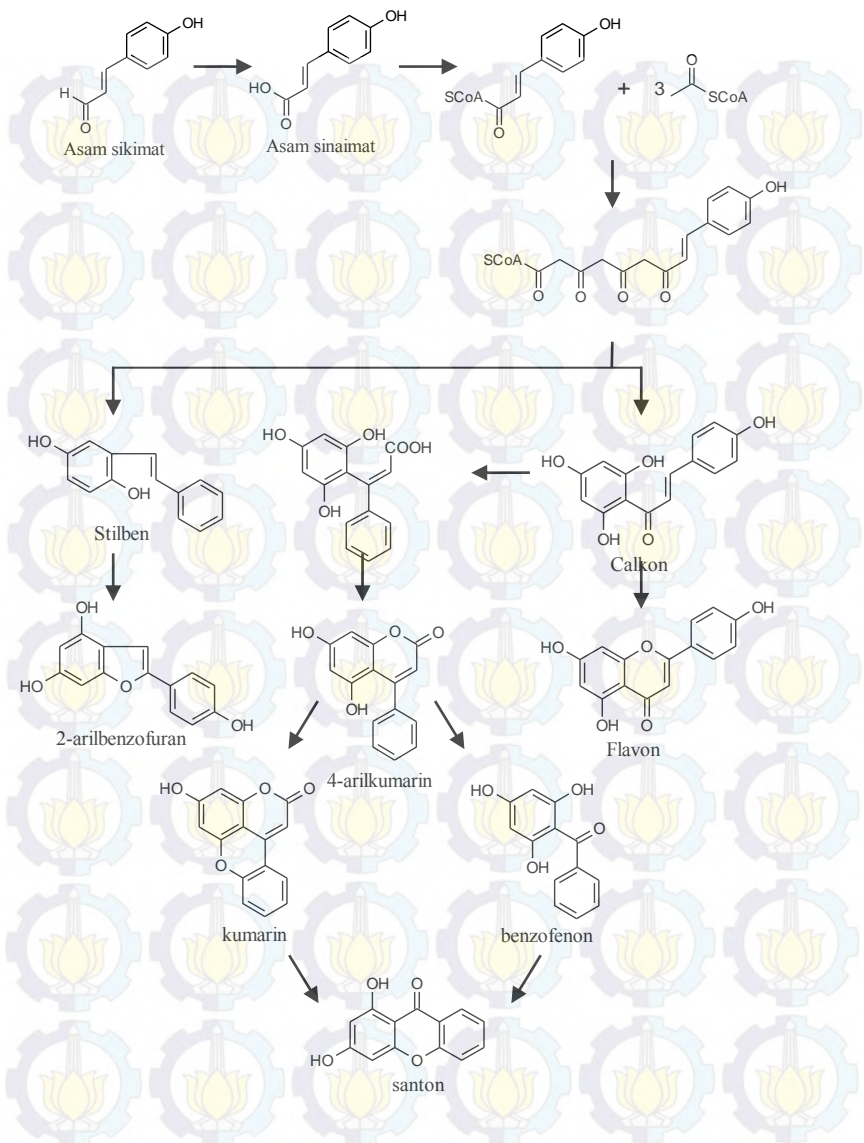
Tumbuhan tingkat tinggi adalah tumbuhan dengan bagian-bagian yang mendekati sempurna, dimana masing-masing bagiannya dapat dibedakan satu dengan yang lainnya. Tumbuhan tingkat tinggi terkenal sebagai gudang senyawa kimia, karena tumbuhan ini dapat menghasilkan senyawa metabolit primer dan juga menghasilkan senyawa metabolit sekunder. Senyawa metabolit primer merupakan senyawa esensial yang diperlukan tumbuhan untuk melangsungkan kehidupan seperti fotosintesis, tumbuh dan berkembangbiak. Sedangkan senyawa metabolit sekunder merupakan senyawa-senyawa hasil biosintetik turunan dari metabolit primer yang pada umumnya diproduksi oleh organisme untuk pertahanan diri dari lingkungan maupun dari serangan organisme lain (Motomosa, 1998). Selain itu senyawa metabolit sekunder juga dimanfaatkan manusia sebagai obat tradisional karena adanya aktivitas farmakologi sebagai anti-HIV, antikanker, antitumor, dan antiinflamasi (Peres dan Nagem, 1997).

Kelompok utama senyawa metabolit sekunder pada tumbuhan adalah alkaloid, terpenoid, fenolat, dan poliasetat (Dewick, 2002). Pada famili Clusiaceae banyak ditemukan senyawa metabolit sekunder golongan fenolat seperti flavonoid, santon, benzofenon serta kumarin. Senyawa-senyawa tersebut terbentuk melalui jalur biogenesis baik jalur asam sikimat maupun asam asetat-malonat (Ersam, 2005).

Senyawa fenolat dan turunannya merupakan senyawa metabolit sekunder yang terbentuk dari dua jalur biosintesis, yaitu jalur sikimat dan jalur asam asetat. Dua jalur biosintesis ini dimulai dari pengubahan glukosa (metabolit primer) menjadi erytrosa-4-fosfat dan fosfoenol piruvat. Eritrosa-4-fosfat melalui jalur sikimat diubah menjadi asam sikimat dan kemudian teroksidasi menjadi asam sinamat. Adanya enzim akan mengaktifkan asam sinamat untuk bereaksi dengan asetil KoA

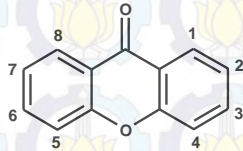
sehingga membentuk rantai keton panjang yang dapat mengalami siklisasi menjadi stilben dan calkon. Melalui reaksi siklisasi oksidatif, stilben menjadi arilbenzofuran. Calkon yang melepas hidrogen pada gugus hidroksilnya dan tersiklisasi sehingga membentuk flavon (Schroder, 2000). Penambahan basa menyebabkan konjugasi calkon sehingga terbentuk kumarin. Senyawa santon terbentuk setelah gugus okso pada benzofenon tersiklisasi dengan cincin benzene (Morita, *et al.*, 2000). Reaksi biosintesis senyawa santon melalui jalur asam sikimat dapat digambarkan seperti pada Gambar 2.1

Biosintesis senyawa fenolat dan turunannya melalui jalur asam asetat diawali dengan pengaktifan asam asetat menjadi asetil KoA. Adanya CO_2 akan mengaktifkan asetil KoA sehingga bereaksi membentuk malonil KoA. Benzoil KoA akan membentuk kumaril KoA dimana dalam reaksi selanjutnya akan membentuk keton rantai panjang. Melalui reaksi yang sama seperti jalur asam sikimat, keton rantai panjang mengalami siklisasi membentuk senyawa calkon dan stilben. Senyawa stilben akan membentuk benzofuran, sedangkan calkon membentuk senyawa flavon. Senyawa calkon dengan penambahan basa membentuk senyawa kumarin yang akan membentuk senyawa santon. Jalur biosintesis senyawa santon pada jalur asam sikimat dan asam asetat berbeda pada reaksi awal, hal ini dikarenakan prekursornya berbeda.



Gambar 2.1 Jalur Biosintesis Senyawa Santon Melalui Jalur Asam Sikimat

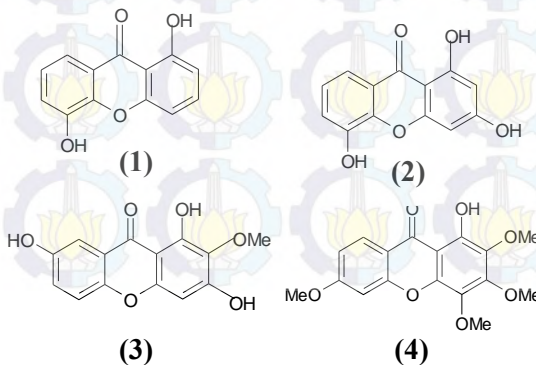
Salah satu metabolit sekunder yang banyak dihasilkan famili Clusiaceae yakni santon. Secara umum, santon memiliki C 1-4 dari turunan asetat pada cincin A dan C 5-8 dari turunan sikimat pada cincin B seperti pada Gambar 2.1 (Peres, 2000).



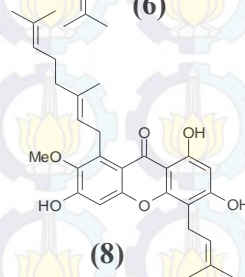
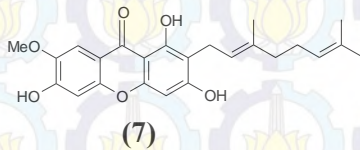
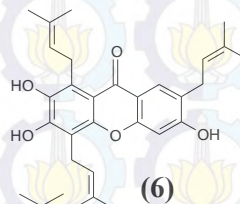
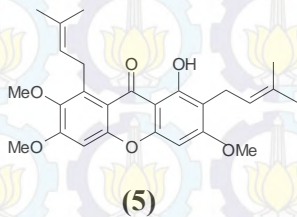
Gambar 2.2 Kerangka Dasar Santon

Perbedaan senyawa santon satu dengan senyawa santon lain terletak pada gugus fungsi yang tersubstitusi pada atom karbon kerangka santon. Senyawa santon dapat diklasifikasikan menjadi beberapa kelompok, yakni santon teroksigenasi, santon terprenilasi, santon tergrenilasi serta santon tesiklisasi (Peres, 1997).

Santon teroksigenasi merupakan turunan santon yang mengalami substitusi pada atom hidrogen oleh gugus hidroksi (-OH) atau gugus metoksi (-OMe). 1,5-dihidroksisanton (**1**) dan 1,3,5-trihidroksisanton (**2**) adalah senyawa santon yang teroksigenasi oleh gugus hidroksi (-OH) (Ito, 1997). 1,3,7-trihidroksi-2-metoksi santon (**3**) yang diisolasi dari *Polygala cyparissias* (Pinheiro et al, 1998) serta dulcissanton C (**4**) dari *Garcinia dulcis* (Deachatai, 2006) merupakan senyawa turunan santon yang teroksigenasi oleh gugus hidroksi (-OH) dan gugus metoksi (-OMe).

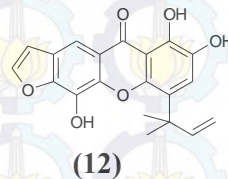
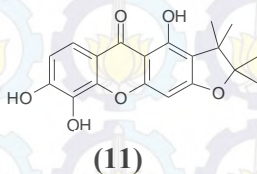
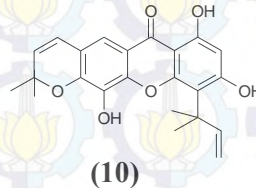
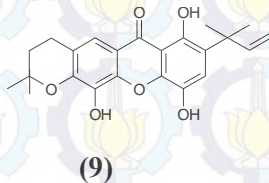


Santon terprenilasi merupakan senyawa santon dimana salah satu atom hidrogen tersubstitusi oleh gugus prenil dan bila terdapat dua gugus prenil bergabung menjadi satu maka dinamakan santon tergrenilasi. Senyawa 1-hidroksi-8-(2-hidroksi-3-metilbut-3-enil)-3,6,7-trimetoksi-2-(3-metilbut-2-enil)-santon **(5)** merupakan senyawa santon terprenilasi pada C-2 dan C-8, senyawa ini berhasil diisolasi dari tumbuhan *Garcinia mangostana* (Nilar dan Leslie, 2002). Pada tumbuhan yang sama diperoleh garsinon E **(6)** dimana pada C-2, C-5 dan C-8 tersubstitusi oleh gugus prenil (Dutta, et al., 1987). Senyawa santon yang tersubstitusi dengan dua gugus prenil yang bergabung seperti cowasanton **(7)** yang diisolasi dari *Garcinia cowa* (Panthong et al., 2006) dan isocowanin **(8)** dari *Garcinia pyrifera* (Ampofo and Waterman, 1986) termasuk dalam senyawa santon tergrenilasi.



Santon tersiklisasi yakni santon terisoprenilasi yang mengalami siklisasi secara oksidatif antar atom karbon gugus isoprenil dengan atom oksigen di posisi orto, sehingga membentuk siklik tambahan yaitu cincin piran atau furan. Beberapa senyawa santon tersiklisasi yang berhasil diisolasi yakni subelliptenon I **(9)** dari *Garcinia subelliptica* (Inuma et al.,

1995). 1,3,4-trihidoksi-6,6-dimetilpirano(2,,3:6,7)-4-(1,1-dimetilalil)santon (**10**) dari *Garcinia opaca*. 1,2,5-trihidroksi-4-(1,1-dimetilalil)-furano(2,3:6,7)santon (**11**) dari *Garcinia subelliptica* dan isorheediasanton (**12**) dari *Garcinia polyantha*.



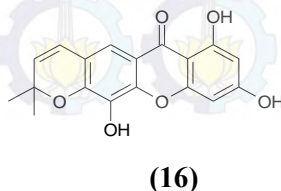
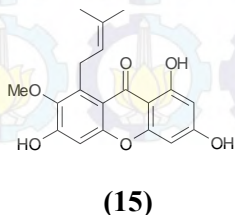
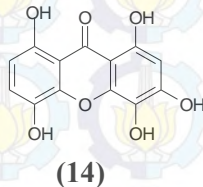
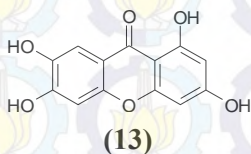
2.4 Kandungan Senyawa Santon pada *G. tetrandia* Pierre

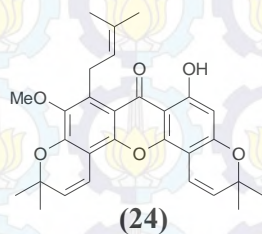
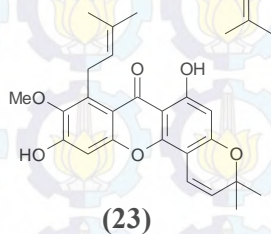
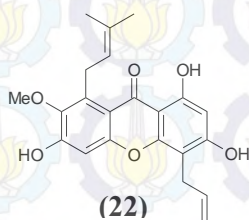
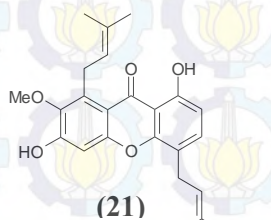
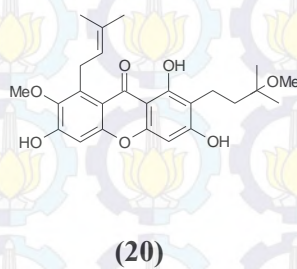
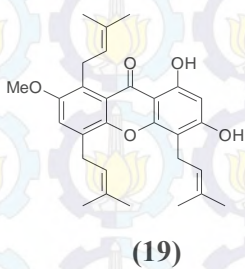
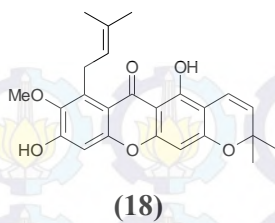
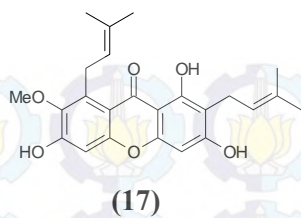
Senyawa santon yang berhasil diisolasi dari tumbuhan *G. tetrandia* Pierre dapat digolongkan dalam santon teroksigenasi, santon terprenilasi, santon tergrenilasi dan santon tersiklisasi. Adapun senyawa-senyawa santon yang telah dilaporkan dapat dilihat pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Mapping Senyawa Santon dari *G. tetrandia* Pierre

Bag. Tumbuhan	Nama Senyawa	Pustaka
Kayu batang	1,3,6,7-tetrahidroksi santon (13) 1,3,4,5,8-pentahidroksi santon (14)	Purwaningsih, 2006
Kayu akar	1,3,6,7-tetrahidroksi santon (13) Dulsanton D (15)	Ryanto, 2006

	1,3,5-trihidroksi-(6,7)- kromanosanton (16)	
Kulit batang	α mangostin (17) 3-isomangostin (18) 1,3-dihidroksi-7-metoksi- 4,5,6-tripenilsanton (19) 1,3,6-trihidroksi-7- metoksi-2-(3-metoksi-3- metilbut-1-enil)-8-prenil santon (20) α mangostin (17) 1,3,6-trihidroksi-7- metoksi-8-(3-metil-2- butenil)-4-(3,7-dimetil- 2,6-oktadienil)santon (21)	Astusti, 2005 Maulina, 2006 Wijayanto, 2006 Wahjuni, 2008
Kulit Akar	1,3,6-trihidroksi-7- metoksi-4,8-diprenil santon (22) 1,6-dihidroksi-7-metoksi- 8-isoprenil-(3,4)- kromanosanton (23) 1-hidroksi-7-metoksi-8- isoprenil-(3,4);(5,6)- dikromanosanton (24)	Rizani, 2006 Meilani, 2006





Afinitas kimia tumbuhan *G. tetrandia* Pierre telah dilaporkan oleh kelompok penelitian kimia tumbuhan ITS. Berdasarkan senyawa-senyawa turunan santon yang telah ditemukan, menunjukkan adanya pola yang teratur dari senyawa santon teroksigenasi sederhana, terprenilasi, tergrenilasi, kromanosanton dan santon termodifikasi dari kayu batang, kayu akar, kulit batang dan kulit akar.

2.5 Metode Isolasi dan Pemurnian

2.5.1 Ekstraksi

Ekstraksi merupakan salah satu metode pemisahan yang digunakan untuk memisahkan suatu senyawa dari komponen-komponennya berdasarkan perbedaan kelarutan. Distribusi pemisahan pada metode ekstraksi menggunakan prinsip *like dissolve like* yang erat kaitannya dengan perbedaan kepolaran, sehingga komponen atau senyawa yang diinginkan dapat terpisah secara selektif dari campurannya melalui pelarut yang digunakan (Harbone, 1987).

Berdasarkan wujud bahan yang digunakan, ekstraksi dapat dibedakan menjadi dua cara yaitu:

- ▶ Ekstraksi padat cair, digunakan untuk melarutkan zat yang dapat larut dari campurannya dengan zat padat yang tidak dapat larut
- ▶ Ekstraksi cair-cair, digunakan untuk memisahkan dua zat cair yang saling bercampur, dengan menggunakan pelarut yang dapat melarutkan salah satu zat

Berdasarkan pada perbedaan prinsip kerja, ekstraksi dapat dibedakan menjadi tiga cara yaitu :

- Maserasi
Proses pemisahan dengan cara merendam sampel dalam pelarut pada suhu kamar.
- Perkolasi
Proses pemisahan pada suhu ruang yang menggunakan pelarut yang selalu baru. Perbedaan utama dengan maserasi terdapat pada penggunaan pelarut, dimana pada maserasi pelarut hanya dipakai untuk merendam bahan

dalam waktu yang cukup lama, sedangkan pada perkolasi pelarut dibuat mengalir.

- Sokletasi
Proses pemisahan menggunakan pelarut yang selalu baru dengan alat khusus (soklet) sehingga terjadi ekstraksi secara kontinu dengan jumlah pelarut yang konstan dengan adanya pendingin balik.
- Refluks
Proses pemisahan dengan pelarut pada temperatur titik didihnya, selama waktu tertentu dan jumlah pelarut yang relatif konstan dengan adanya pendingin balik (Harborne, 1987).

2.5.2 Kromatografi

Kromatografi merupakan metode pemisahan yang sering digunakan dalam bidang isolasi bahan alam ataupun sintesis kimia. Pemisahan ini berdasarkan pada proses migrasi komponen-komponen senyawa di antara dua fase, yakni fase diam dan fase gerak (Kennedy, 1990). Komponen-komponen yang ada dalam campuran berkesetimbangan pada fase gerak ataupun fase diam. Fase gerak membawa zat terlarut melalui media fase diam sehingga terpisah dari zat terlarut lainnya yang terelusi lebih awal atau paling akhir karena perbedaan afinitas antara masing-masing zat terlarut dengan fase diam (Hostettman, 1995).

2.5.2.1 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi lapis tipis merupakan metode pemisahan yang bersifat kualitatif. Pada kromatografi jenis ini, fase diam yang berperan sebagai adsorben adalah plat silika yang bersifat polar, sedangkan fase gerak berupa zat cair yang berfungsi untuk mengelusi. Umumnya eluen yang digunakan berupa campuran (kombinasi) dari pelarut organik berdasarkan kepolaritasannya. Eluen tunggal juga dapat digunakan, namun terkadang eluen tunggal menggerakkan noda sampel terlalu tinggi sehingga diperlukan kombinasi eluen berdasarkan perbedaan polaritasnya (Gritter, 1991).

Pendeteksian noda hasil pemisahan dapat dilakukan melalui beberapa cara, tergantung jenis senyawa yang dipisahkan. Senyawa tak berwarna, dapat dilakukan pengamatan di bawah sinar ultraviolet. Beberapa senyawa organik akan berpendar ketika disinari sinar UV gelombang pendek (254 nm) atau gelombang panjang (366 nm). Cara di atas belum bisa mendeteksi noda hasil pemisahan, maka dilakukan penyemprotan dengan serum sulfat ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$) kemudian dipanaskan (Gritter, 1991).

Faktor retensi (R_f) adalah perbandingan jarak yang ditempuh oleh komponen dibagi dengan jarak yang ditempuh oleh eluen. Nilai R_f sangat karakteristik untuk senyawa tertentu pada eluen tertentu. Hal tersebut dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya perbedaan senyawa dalam sampel. Senyawa yang mempunyai R_f tinggi berarti mempunyai kepolaran yang rendah, sedangkan senyawa dengan R_f rendah menandakan bersifat lebih polar sehingga tertahan kuat pada fasa diam (Hostettman, 1995).

2.5.2.2 Kromatografi Kolom

Kromatografi kolom merupakan metode pemisahan campuran dengan perbandingan pelarut dan kerapatan dengan menggunakan kolom (Schill, 1978). Prinsip kerjanya adalah didasarkan pada perbedaan afinitas absorpsi komponen-komponen campuran terhadap permukaan fasa diam. Sampel yang memiliki afinitas besar terhadap absorben akan secara selektif tertahan dan yang afinitasnya paling kecil akan mengikuti aliran pelarut.

Kromatografi vakum cair menggunakan prinsip kromatografi kolom. Kromatografi vakum cair dilakukan untuk memisahkan golongan senyawa metabolit sekunder dengan menggunakan silika gel sebagai absorben dan berbagai perbandingan eluen dengan menaikkan kepolaran dan menggunakan pompa vakum untuk memudahkan penarikan eluen (Helfman, 1983). Campuran yang akan dipisahkan diletakkan berupa pita diatas bagian penyerap (absorben) yang berada pada kolom. Fasa gerak dibiarkan mengalir melalui kolom yang disebabkan oleh gaya berat. Pita senyawa yang terlarut bergerak

melalui kolom dengan laju yang berbeda, memisah dan dikumpulkan berupa fraksi-fraksi pada saat keluar dari bawah kolom (Gritter, 1991).

Kromatografi kolom gravitasi mempunyai prinsip hampir sama dengan kromatografi cair vakum. Alat yang digunakan pun tidak jauh berbeda, hanya saja pada kromatografi kolom gravitasi terdapat kran pada tabung gelasnya (Mckee *et al.*, 1997). Penggunaan KKG ini sama dengan KCV yakni menggunakan silica gel sebagai adsorben dan sampel diletakkan diatas adsorben, kemudian dialiri dengan eluen tertentu. Laju aliran eluen turun melewati adsorben dipengaruhi oleh gaya gravitasi (Underwood *et al.*, 1998).

2.5.3 Kristalisasi

Kristalisasi merupakan metode pemurnian yang didasarkan pada perbedaan kelarutan zat-zat padat dalam pelarut murni atau pelarut campuran. Proses pembentukan kristal melalui tiga tahap, yaitu (1) pencapaian kondisi super/lewat jenuh (supersaturation), (2) pembentukan inti kristal (nucleation), dan (3) pertumbuhan inti kristal menjadi kristal (crystal growth). Pembentukan kristal erat kaitannya dengan pelarut yang digunakan. Beberapa persyaratan penggunaan pelarut untuk kristalisasi adalah sebagai berikut:

1. Memiliki gradient temperatur yang besar dalam sifat kelarutannya.
2. Titik didih pelarut harus di bawah titik lebur senyawa yang akan dikristalkan.
3. Zat padatnya harus mempunyai kelarutan terbatas (sebagian) atau relatif tak larut dalam pelarut, pada suhu kamar atau suhu kristalisasi.
4. Zat padatnya mempunyai kelarutan yang tinggi (larut baik) dalam suhu didih pelarutnya.
5. Zat pengotor yang tak diinginkan harus sangat larut dalam pelarut pada suhu kamar atau tidak larut dalam pelarut panas.
6. Bersifat inert (tidak bereaksi) terhadap senyawa yang akan dikristalkan atau direkristalisasi.

7. Pelarut harus cukup volatile (mudah menguap) sehingga mudah untuk dihilangkan setelah zat padat yang diinginkan telah terkristalisasi.

(Oxtoby, 2008)

2.5.4 Uji Titik Leleh

Titik leleh zat padat merupakan suatu temperatur dimana terjadi kesetimbangan antara fasa padat dan fasa cair pada tekanan 1 atm. Uji titik leleh digunakan untuk mengetahui kemurnian dari suatu senyawa. Zat padat dikatakan murni ketika titik lelehnya bernilai tetap, walaupun temperatur naik secara perlahan-lahan selama penentuan. Hal ini menunjukkan bahwa sampel zat padat meleleh dalam rentang temperatur yang rendah. Zat padat yang tidak murni akan memperpanjang rentang titik leburnya. Temperatur zat padat murni pada saat meleleh akan konstan, sedangkan temperatur zat padat tidak murni pada saat meleleh akan terjadi perubahan secara bertahap hingga menjadi cair (Singh, 1990). Titik leleh pada zat yang murni mempunyai rentang temperatur awal terjadinya pelelehan hingga meleleh kurang lebih 1°C (Rodig, 1990).

Pengukuran titik leleh dilakukan dengan cara menempatkan sampel pada plat titik leleh dan ditempatkan di atas logam pemanas yang dihubungkan dengan termometer, kemudian suhu dinaikkan perlahan hingga terjadi pelelehan (Harborne, 1987).

2.6 Metode Penentuan Struktur

2.6.1 Spektroskopi UV-Vis

Spektroskopi UV-Vis merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menentukan gugus pengabsorpsi. Gugus pengabsorpsi dapat menyerap energi radiasi elektromagnetik yang lebih tinggi dibandingkan pada spektroskopi infra merah, sehingga terjadi perpindahan elektron dari energi rendah ke energi yang lebih tinggi (*electronic transition*). Spektroskopi ini menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultra violet dekat (190–380 nm) dan sinar tampak (380–780nm) (Bruce, 2001).

Panjang gelombang UV-Vis bergantung pada mudahnya promosi elektron. Molekul-molekul yang memerlukan lebih banyak energi untuk promosi elektron, akan menyerap panjang gelombang yang lebih pendek. Sedangkan molekul yang memerlukan energi lebih sedikit akan menyerap panjang gelombang yang lebih panjang. Senyawa yang menyerap radiasi sinar tampak mempunyai elektron yang lebih mudah dipromosikan dari pada senyawa yang menyerap pada panjang gelombang UV yang lebih pendek (Fessenden, 1986).

2.6.2 Spektroskopi Infra Merah (IR)

Spektroskopi infra merah (IR) merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menentukan struktur dari suatu molekul. Pada spektroskopi infra merah (IR), dapat mengidentifikasi gugus fungsi dan tipe ikatan. Radiasi sinar infra merah yang diterima oleh molekul, diubah menjadi energi getar molekul. Energi infra merah (IR) tidak lebih besar dari energi UV-Vis, sehingga molekulnya hanya dapat melakukan gerakan vibrasi tanpa melakukan perpindahan elektron (transisi). Energi dari frekuensi infra merah menyebabkan ikatan kovalen suatu molekul mengalami gerak menekuk (*bending*) atau gerak ulur (*stretching*) (Hart, 1983).

Gerakan vibrasi menghasilkan perubahan momen dipole listrik molekul yang dapat teramati oleh spektrum infra merah. Setiap molekul yang memiliki momen dipole berbeda akan bervibrasi pada frekuensi yang berbeda pula, sehingga menghasilkan puncak yang khas serta letak puncak tersebut tidak berubah karena bentuk dan ukuran molekulnya (Silverstein, et. al, 1998). Daerah $1400-4000\text{ cm}^{-1}$ atau bagian kiri dari spektrum inframerah merupakan daerah untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional. Bagian kanan dari spektrum inframerah menunjukkan adanya serapan yang khas untuk senyawa organik yang disebut daerah sidik jari (*fingerprint region*). Gugus O-H menunjukkan serapan pada daerah bilangan gelombang $3000-3700\text{ cm}^{-1}$ dengan puncak yang melebar, gugus karbonil (C=O) antara $1640-1820\text{ cm}^{-1}$, C=C pada $1600-1700\text{ cm}^{-1}$, C-H pada $3300-3500\text{ cm}^{-1}$, dan N-H pada $3000-3500\text{ cm}^{-1}$, dimana setiap

amina primer sekunder dan tersier mempunyai puncak yang khas (McMurry, 1999).

2.6.3 Spektroskopi NMR

Spektroskopi resonansi magnetik inti (NMR) merupakan salah satu metode analisis spektroskopi yang dapat mengidentifikasi jumlah karbon dan proton suatu molekul. Spektroskopi NMR didasarkan pada penyerapan gelombang radio oleh inti-inti molekul organik, apabila molekul tersebut berada dalam medan magnet yang kuat sehingga terjadi pergeseran kimia. Spektrum ^1H -NMR mengidentifikasi berbagai jenis dan jumlah proton serta lingkungannya, sedangkan spektrum ^{13}C -NMR mengidentifikasi jumlah karbon yang terdapat dalam suatu molekul. Pergeseran kimia yang diperoleh dari NMR dapat mengetahui sifat lingkungan suatu molekul (Hart, 1983).

Pada spektrum NMR terdapat senyawa yang dijadikan standart karena pergeseran kimianya $\delta = 0$ ppm, yakni TMS (Tetra Metil Silen). Dari standart TMS, daerah spektrum NMR dibagi atas dua bagian, yakni daerah *up-field* (mendekati TMS) dan *down-field* (menjauhi TMS). TMS digunakan sebagai standart dalam NMR karena atom – atomnya bersifat stabil sehingga terlindungi dari resonansi medan magnet luar (B_0). Adanya perbedaan lingkungan sekitar atom menyebabkan terjadinya pergeseran kimia. Lingkungan atom yang terlindungi (*shielding*) dari B_0 sulit terjadi resonansi sehingga peak atom akan muncul pada daerah *up-field* (mendekati TMS). Sedangkan lingkungan sekitar atom yang tidak terlindungi (*deshielding*) dari B_0 mudah beresonansi, sehingga peak atom muncul pada daerah *down-field* (menjauhi TMS). Faktor lain yang menyebabkan atom tidak terlindungi (*deshielding*) yakni adanya atom berelektronegatif, medan anisotropik dari ikatan π , dan adanya ikatan hidrogen (Pavia, 1990).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat Dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas seperti gelas ukur, labu erlenmeyer, gelas piala, pipet tetes, pipet volume, pengaduk kaca, kaca arloji, pipet kapiler, pinset, botol vial, *chamber* kromatografi lapis tipis (KLT), corong pemisah, corong vakum, labu bundar, labu evaporasi, dan kondensor. Alat lainnya adalah seperangkat kromatografi lapis tipis (KLT), kromatografi kolom gravitasi (KKG), peralatan penguapan (*rotary evaporator BUCHI*), pompa vakum, lampu ultraviolet (UV) dengan λ 254 dan 366 nm, alat pengukur titik leleh *Fisher Johns*, spektroskopi UV, IR, ^1H dan ^{13}C NMR.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah fraksi etil asetat (EtOAc) kayu batang *Garcinia tetrandia* Pierre; *n*-heksana; metilen klorida (CH_2Cl_2); kloroform (CHCl_3); etil asetat (EtOAc); metanol (MeOH). Bahan lainnya yaitu plat aluminium silika gel 60GF₂₅₄ 0.25 mm ukuran 20x20 untuk kromatografi lapis tipis, silika gel 60 (35-70 mesh ASTM) untuk impregnasi, penampak noda serum sulfat ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$), kapas, kertas saring, aluminium foil, kertas saring Whatman 41, reagen geser untuk UV yaitu NaOH 2M, AlCl_3 50% dan HCl 5%, serbuk KBr untuk analisa dengan IR serta larutan bebas proton metanol (CD_3OD) untuk NMR.

3.2 Prosedur Penelitian

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah fraksi etl asetat kayu batang *G. tetrandra* Pierre hasil ekstraksi dengan metanol.

3.2.1 Fraksinasi

Fraksi EtOAc kayu batang *G. tetrandra* Pierre (1,652 g) difraksinasi dengan metode kromatografi kolom gravitasi (KKG). Pada proses pemisahan, sampel dilarutkan dalam etil asetat dan dilakukan impregnasi menggunakan silika impreg (4,518 g). Fasa diam yang digunakan yakni silika (10 g) dan fasa gerak berupa eluen campuran etil asetat : *n*-heksana 35% hingga dinaikkan kepolaran etil asetat 100% dan metanol 100%. Dari proses pemisahan diperoleh 70 vial yang selanjutnya dimonitoring menggunakan KLT dengan eluen metanol : kloroform 15%, noda dengan R_f yang relatif sama digabung dan diperoleh 4 kelompok gabungan yakni fraksi I (0,105 g); II (1,029 g); III (0,026 g) dan IV (0,492 g).

3.2.2 Pemurnian

Fraksi II yang berupa pasta ditambahkan *n*-heksana dan terbentuk endapan. Endapan yang diperoleh disaring vakum kemudian dimurnikan dengan cara rekristalisasi menggunakan tiga eluen (metanol, aquades dan metilen klorida). Padatan kuning (124,5 mg) yang diperoleh selanjutnya disebut senyawa A. Senyawa A diuji kemurnian menggunakan kromatogram KLT dengan tiga sistem eluen yang berbeda kepolarannya yaitu eluen etil asetat : *n*-heksana 60%; metanol : kloroform 15%; etil asetat : metilen klorida 80%.

Uji kemurnian lain yakni dengan menentukan titik leleh senyawa A. Sedikit sampel diletakkan pada alat titik leleh *Fisher Johns*. Suhu pada alat dinaikkan secara perlahan sambil diamati perubahan yang terjadi pada sampel. Suhu akhir diperoleh ketika sampel mulai meleleh hingga meleleh sempurna. Uji kelarutan pada senyawa A dilakukan pada plat tetes yang kemudian ditetaskan pelarut.

3.2.3 Penentuan Struktur

Penentuan struktur senyawa A dilakukan berdasarkan analisis data spektrum ultraviolet (UV), inframerah (IR), proton (^1H) NMR dan karbon (^{13}C) NMR.

3.2.3.1 Spektroskopi UV

Padatan murni yang diperoleh diambil 1 mg dan dilarutkan dalam 10 mL metanol pa. metanol pa diambil 4 mL dan dimasukkan dalam kuvet yang digunakan sebagai blanko, kemudian larutan sampel diperlakukan dengan cara yang sama. Sampel diukur panjang gelombangnya dengan spektrofotometer UV pada λ 200 – 400 nm.

Larutan sampel awal ditambah 3 tetes larutan NaOH 2M sebagai pereaksi geser puncak pada spektrum dan dilakukan prosedur yang sama untuk pengukuran panjang gelombang UV.

Larutan sampel awal ditambah 6 tetes AlCl_3 50% sebagai pereaksi geser puncak pada spektrum dan dilakukan prosedur yang sama untuk pengukuran panjang gelombang UV. Larutan sampel kemudian ditambahkan 3 tetes HCl 5% dan diukur panjang gelombang untuk mengetahui pergeseran λ_{maks} ke keadaan awal.

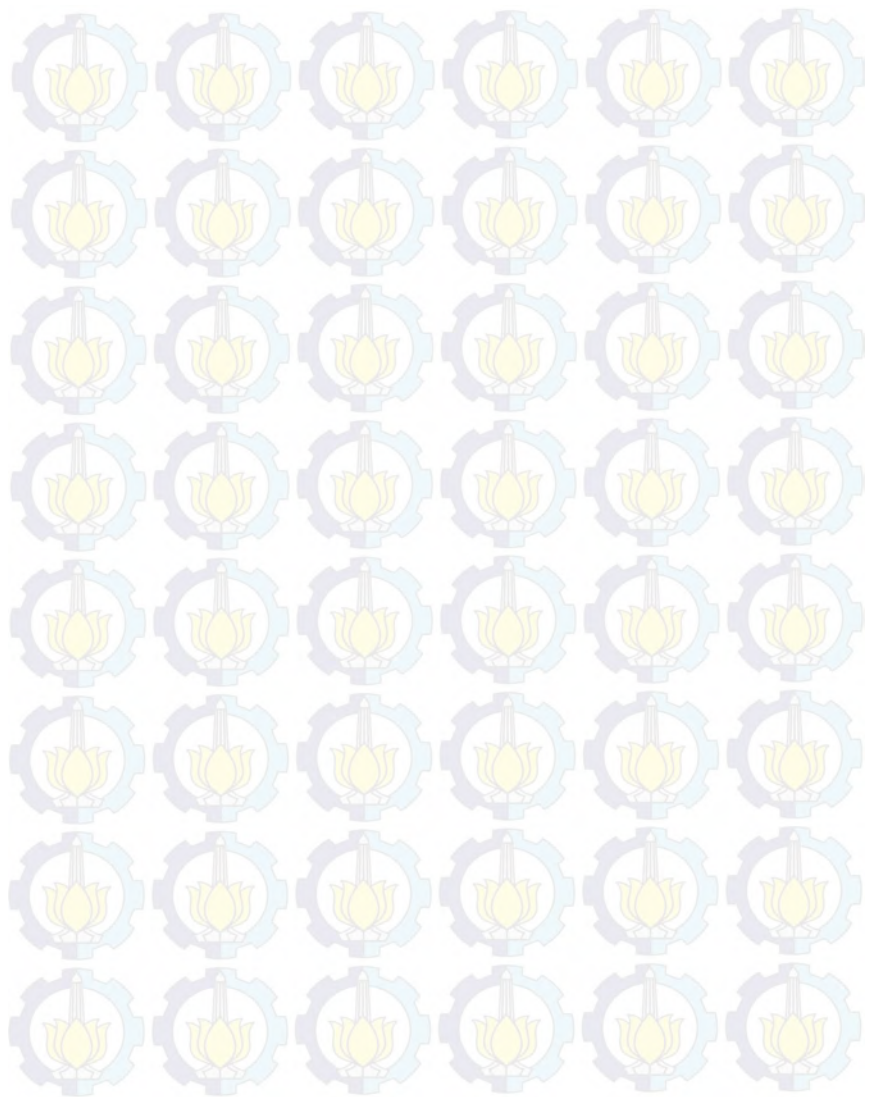
3.2.3.2 Spektroskopi IR

Padatan murni yang diperoleh diambil 1 mg dan digerus dengan serbuk KBr. Campuran homogen yang sudah terbentuk, dibentuk pelet dan kemudian diukur serapannya menggunakan spektrometer IR *SHIMADZU* pada bilangan gelombang 500 – 4000 cm^{-1} .

3.2.3.3 Spektroskopi NMR

Padatan murni yang diperoleh diambil 5 mg dan dilarutkan dalam 0,5 mL pelarut bebas proton (metanol CD_3OD). Larutan sampel dimasukkan dalam tabung injection kemudian diletakkan dalam alat spektrometer ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR untuk diukur pergeseran kimia.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Uji Pendahuluan

Pada penelitian ini, sampel yang digunakan adalah fraksi etil asetat kayu batang *Garcinia tetrandra* hasil ekstraksi menggunakan metanol sebanyak 1,652 g (Purwaningsih, 2006). Uji pendahuluan merupakan uji awal untuk menentukan eluen yang digunakan pada proses pemisahan. Uji pendahuluan menggunakan eluen metanol, etil asetat, kloroform, metilen klorida dan *n*-heksana masing-masing 100%. Hasil monitoring uji pendahuluan seperti pada Gambar 4.1



Keterangan :

- (a) *n*-heksana
- (b) metilen klorida
- (c) kloroform
- (d) etil asetat
- (e) metanol

Gambar 4.1 Kromatogram KLT hasil uji pendahuluan

Gambar 4.1 menunjukkan proses pemisahan senyawa pada fraksi etil asetat dalam berbagai eluen tunggal, pada eluen tunggal *n*-heksana, metilen klorida dan kloroform senyawa tidak dapat terelusi dengan baik ($R_f = 0$). Sedangkan pada eluen tunggal etil asetat dan metanol mempunyai R_f yang tinggi tetapi tidak terjadi pola pemisahan yang baik, sehingga untuk memperoleh hasil pemisahan yang baik maka digunakan eluen campuran.

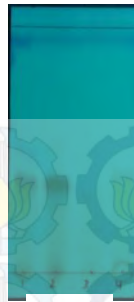
4.2 Isolasi Senyawa

Fraksi etil asetat (1,652 g) yang berupa padatan warna kuning dilarutkan dalam etil asetat yang kemudian diimpreg dengan silika impreg (4,518 g). Metode pemisahan untuk memisahkan senyawa yang ada dalam fraksi etil asetat adalah kromatografi kolom gravitasi (KKG), alasan memilih metode ini adalah karena jumlah sampel yang tidak terlalu banyak serta penampakan noda yang cukup sederhana. Fasa diam yang digunakan yakni silika (10 g) dan fasa gerak berupa eluen campuran etil asetat : *n*-heksana 35% hingga dinaikkan kepolaran etil asetat 100% dan metanol 100%. Dari proses pemisahan diperoleh 70 vial yang selanjutnya dimonitoring menggunakan KLT.

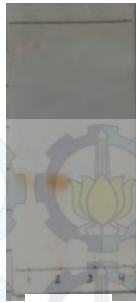


Gambar 4.2 Kromatogram KLT hasil fraksinasi KKG dengan eluen metanol : kloroform 15%

Berdasarkan kromatogram Gambar 4.2, noda dengan R_f yang relatif sama digabung sehingga diperoleh 4 kelompok fraksi gabungan. Fraksi gabungan I = 0,105 g (vial 1-11); fraksi gabungan II = 1,029 g (vial 12-38); fraksi gabungan III = 0,026 g (vial 39-58) dan fraksi gabungan IV = 0,492 g (vial 59-70).



(a)



(b)

Keterangan :

(a) kromatogram pada UV

(b) kromatogram setelah disemprot penampak noda

Gambar 4.3 Kromatogram KLT fraksi gabungan dengan eluen metanol:kloroform 15%

Berdasarkan kromatogram KLT pada Gambar 4.3, fraksi gabungan II menunjukkan kromatogram satu noda dengan adanya *tailing*. Fraksi II dilakukan pemurnian dengan metode rekristalisasi menggunakan tiga eluen yakni metanol, aquades dan metilen klorida dan menghasilkan padatan berwarna kuning (124,5 mg). Padatan kuning yang selanjutnya disebut senyawa A mempunyai titik leleh 208 – 210 °C kemudian dilakukan monitoring menggunakan KLT dengan tiga eluen yang berbeda kepolarannya, masing-masing dari hasil kromatogram KLT (Gambar 4.4) menunjukkan noda tunggal.

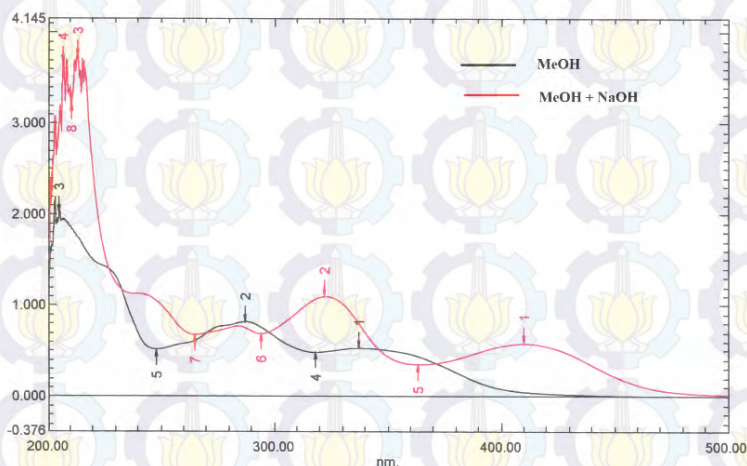


Gambar 4.4 Kromatogram KLT senyawa A dengan eluen etil asetat : *n*-heksana 60% (a); metanol : kloroform 15% (b); etil asetat : metilen klorida 80%

Berdasarkan hasil monitoring KLT senyawa A dengan tiga eluen berbeda (Gambar 4.4) dan uji titik leleh padatan, mengindikasikan senyawa A tersebut relatif murni. Senyawa A larut dalam metanol, etil asetat, DMSO dan aseton. Pada kloroform, metilen klorida dan *n*-heksana senyawa A tidak dapat larut.

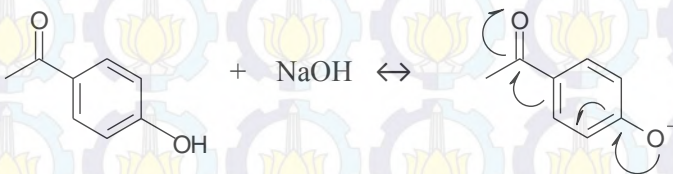
4.3 Penentuan Struktur

Penentuan struktur senyawa A dianalisa menggunakan data spektroskopi UV, IR dan NMR (^1H dan ^{13}C). Spektrum UV dari senyawa A yang dilarutkan menggunakan MeOH seperti Gambar 4.5 menunjukkan adanya pita serapan 286.9 nm (0.818) dan 337.00 nm (0.527). Pita 2 pada λ_{maks} 286.9 nm merupakan eksitasi elektron dari orbital $\pi \rightarrow \pi^*$ merupakan senyawa khas untuk sistem ikatan rangkap yang terkonjugasi atau terdapat cincin aromatis. Pita 1 pada λ_{maks} 337.00 nm yang menunjukkan adanya eksitasi elektron dari orbital $n \rightarrow \pi^*$ yang menyatakan adanya ikatan heteroatom (C=O) yang terkonjugasi dengan sistem aromatik.



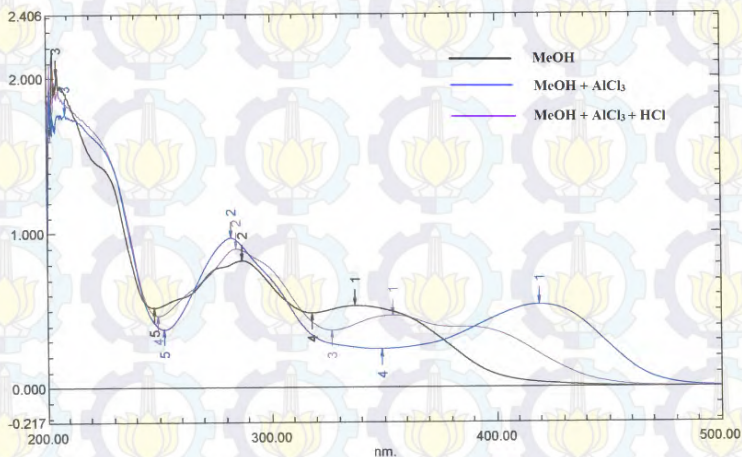
Gambar 4.5 Spektrum UV senyawa A dengan penambahan NaOH

Pada Gambar 4.5 penambahan pereaksi geser NaOH menyebabkan terjadinya pergeseran batokromik. Pita serapan 2 dari λ_{maks} 286.90 nm ke 321.80 nm sedangkan pada pita serapan 1 dari λ_{maks} 337.00 nm ke 410.00 nm. Hal tersebut menunjukkan adanya fenol yang mengalami kesetimbangan keto-enol dengan gugus karbonil seperti pada Gambar 4.6 (Ito, *et al.*, 1997).



Gambar 4.6 Ksetimbangan Keto - Enol

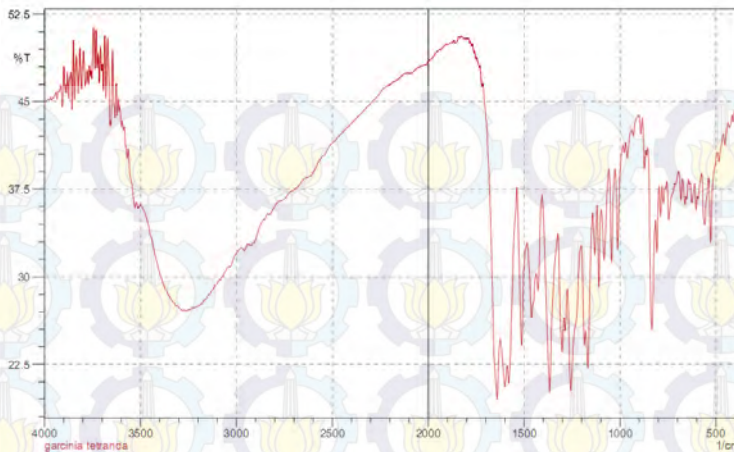
Selain penambahan pereaksi geser NaOH, senyawa A pada analisa UV juga ditambahkan pereaksi geser AlCl_3 dan HCl yang berfungsi untuk mendeteksi adanya gugus karbonil yang bertetangga dengan gugus hidroksi serta adanya keberadaan gugus orto hidroksi.



Gambar 4.7 Spektrum UV senyawa A penambahan AlCl_3 + HCl

Spektrum UV pada senyawa A (Gambar 4.7) dengan pereaksi geser AlCl_3 menunjukkan adanya pergeseran batokromik pada pita serapan 1 dari 337.00 nm ke 419.30 nm. Setelah penambahan HCl pita 1 bergeser pada λ_{maks} semula, hal ini menunjukkan senyawa A mempunyai gugus hidroksi pada posisi orto. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Rukachaisirikul pada tahun 2003, serapan pada pita 230-248 nm (kuat), 260-264 nm (kuat), 312-320 nm (sedang) dan 370-385 nm (lemah) merupakan serapan pita kromofor dari senyawa santon. Pada senyawa A muncul pita serapan pada 286.9 nm (kuat) dan 337.00 nm, berdasarkan penelitian Rukachaisirikul maka dapat kesimpulan awal bahwa senyawa A mempunyai kerangka dasar santon.

Analisa selanjutnya yakni pada spektrum IR, pada spektrum ini diperoleh data berupa bilangan gelombang. Bilangan gelombang yang terabsorp pada spektrum IR merupakan serapan yang khas dari tiap gugus fungsi. Gambar 4.8 menunjukkan adanya beberapa serapan yang khas untuk gugus fungsi yang ada pada senyawa A, diantaranya adalah ($U_{\text{maks}} \text{ cm}^{-1}$) 3259, 1641, 1600, 1581, 1512, 1367, 1255, 1166, 833. Serapan pada bilangan gelombang 3529 cm^{-1} (melebar) yang menunjukkan ciri khas dari gugus hidroksi (-OH bebas), serapan dengan $U_{\text{maks}} 1641 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$), $U_{\text{maks}} 1600, 1581, 1512, 1367 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan yang khas untuk ikatan rangkap ikatan cincin aromatis, $U_{\text{maks}} 1255, 1166 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan C-O pada alkohol dan $U_{\text{maks}} 833$ menunjukkan C-H bend pada gugus aromatik.



Gambar 4.8 Spektrum IR Senyawa A

Berdasarkan hasil analisa spektrum UV dan IR, dapat diketahui senyawa A memiliki gugus hidroksi (OH), gugus karbonil (C=O), sistem aromatik dan fenol.

Analisa selajutnya yakni pada spektrum proton dan karbon NMR, dimana diperoleh data berupa pergeseran kimia. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ memperlihatkan sinyal pada pergeseran (δ_{H} ppm) 3,30 (3H, s); 6,25 (1H, s); 6,62 (1H, d, $J = 8,8$ Hz); 6,91 (1H, d, $J = 8,8$ Hz). Berdasarkan data pergeseran kimia pada spektrum $^1\text{H-NMR}$ dapat dikelompokkan menjadi tiga kelompok proton. Munculnya sinyal pada 3,30 (3H, s) menunjukkan sinyal proton metil pada gugus metoksi (-OCH₃); 6,25 (1H, s); 6,62 (1H, d, $J = 8,8$ Hz) dan 6,1 (1H, d, $J = 8,8$ Hz) khas untuk kelompok proton aromatik. Pergeseran kimia pada 6,62 (1H, d, $J = 8,8$ Hz) dan 6,1 (1H, d, $J = 8,8$ Hz) mempunyai nilai kopling konstan yang sama yakni 8,8 Hz sehingga proton ini saling bertetangga pada posisi orto. Dari analisa spektrum $^1\text{H-NMR}$ di atas, hipotesa awal senyawa A adalah santon yang tersubstitusi oleh metoksi dan gugus hidroksi. Pada pergeseran $^1\text{H-NMR}$ tidak menunjukkan adanya pergeseran hidroksil karena pelarut yang digunakan pada analisis NMR adalah metanol, sehingga pergeseran hidroksi tidak keluar pada spektrum $^1\text{H-NMR}$. Namun berdasarkan hasil analisa

Spektrum UV dan IR bahwa pada senyawa A mempunyai gugus hidroksi.

Spektrum ^{13}C -NMR menunjukkan adanya pergeseran 14 atom karbon, sehingga dapat memperkuat hipotesa awal yang menyatakan bahwa senyawa A mempunyai kerangka dasar santon. Sinyal-sinyal atom karbon tersebut terdiri dari satu karbon karbonil keton δ_{C} 182,8 (C-9); tiga karbon metin sp^2 δ_{C} 95,0 (C-2); 114,2 (C-7); 119,2 (C-8); satu karbon metoksi δ_{C} 50,9; Sembilan karbon kuartener sp^2 δ_{C} 165,2 (C-1); 164,1 (C-3); 127,8 (C-4); 162,1 (C-4a); 146,1 (C-5); 157,1 (C-6); 101,3 (C-8a); 104,2 (C-9a) 149,6(C-10).

Berdasarkan hasil analisa data spektrum UV, IR, ^1H dan ^{13}C -NMR, dapat disarankan senyawa A berupa turunan santon yakni 1,3,4,6-tetrahidroksi, 5-metoksisanton. Kesimpulan tersebut diperkuat dengan membandingkan data pergeseran kimia ^1H dan ^{13}C -NMR secara parsial. Cincin A (C-1, C-2, C-3, C-4, C-4a, C-8a, C-9, C-9a, C-10) dibandingkan dengan senyawa 1,3,4,5,8-pentahidroksisanton (**13**) yang dilaporkan oleh Yuliana Purwaningsih (2006). Berdasarkan pada Tabel 4.1 bahwa senyawa A dan senyawa (**13**) mempunyai pergeseran kimia proton dan karbon yang hampir sama, sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa A mengalami substitusi oleh gugus OH pada C-1, C-3 dan C-4

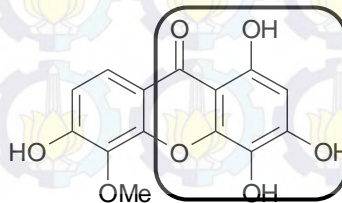
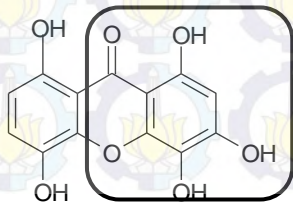
Cincin B (C-5, C-6, C-7, C-8) dibandingkan dengan senyawa Bracteasanton-VI (**25**) yang dilaporkan oleh Sheng-Li Nu (2012). Pada Tabel 4.2 juga menunjukkan perbandingan pergeseran kimia proton dan karbon senyawa A terhadap senyawa (**25**) yang mempunyai kemiripan. Hal tersebut memperkuat kesimpulan awal bahwa pada cincin B senyawa A tersubstitusi oleh gugus metoksi (OCH_3) pada C-5 dan gugus hidroksi (OH) pada C-7.

Tabel 4.1 Perbandingan Pergeseran Kimia Senyawa 1,3,4,5,8-pentahidroksisanton dengan Senyawa A

Posisi karbon	*1,3,4,5,8-pentahidroksi santon		**Senyawa A	
	δ_H	δ_C	δ_H	δ_C
1	13,08 (1H, s, OH)	164,1		165,2
2	6,04 (1H,s)	96,0	6,25 (1H,s)	95,0
3	7,46 (1H, s,OH)	165,3		164,1
4		123,7		127,8
4a		158,2		162,1
5	9,76 (1H, s, OH)	129,8		146,1
6	6,48 (1H, d, $J = 8,9$ Hz)	115,3		157,1
7	7,27 (1H, d, $J = 8,9$ Hz)	114,0	6,62 (1H, d, $J = 8,8$ Hz)	114,2
8	12,29 (1H, s, OH)	150,0	6,91 (1H, d, $J = 8,8$ Hz)	119,2
8a		102,0		101,3
9		182,9		182,8
9a		97,1		104,2
10		146,3		149,6
-OMe			3,30 (3H, s)	50,9

*aseton *d*-6 (90 MHz)

**metanol *d*-4 (400MHz)

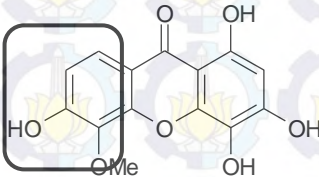
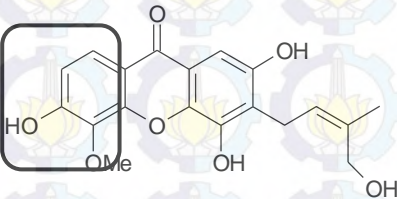


Tabel 4.2 Perbandingan Pergeseran Kimia Senyawa
Bracteasanton - VI dengan Senyawa A

Posisi karbon	***Bracteasanton-VI		**Senyawa A	
	δ_H^a	δ_C^b	δ_H	δ_C
1		160,0		165,2
2		101,4	6,25 (1H,s)	95,0
3		164,4		164,1
4	6,39 (s)	94,0		127,8
4a		155,5		162,1
5		134,8		146,1
6		157,5		157,1
7	6,92 (d, J = 8,8 Hz)	114,4	6,62 (1H, d, J = 8,8 Hz)	114,2
8	7,69 (d, J = 8,8 Hz)	121,1	6,91 (1H, d, J = 8,8 Hz)	119,2
8a		113,2		101,3
9		179,3		182,8
9a		110,1		104,2
10		150,6		149,6
-OMe	3,85 (s)	61,0	3,30 (3H, s)	50,9

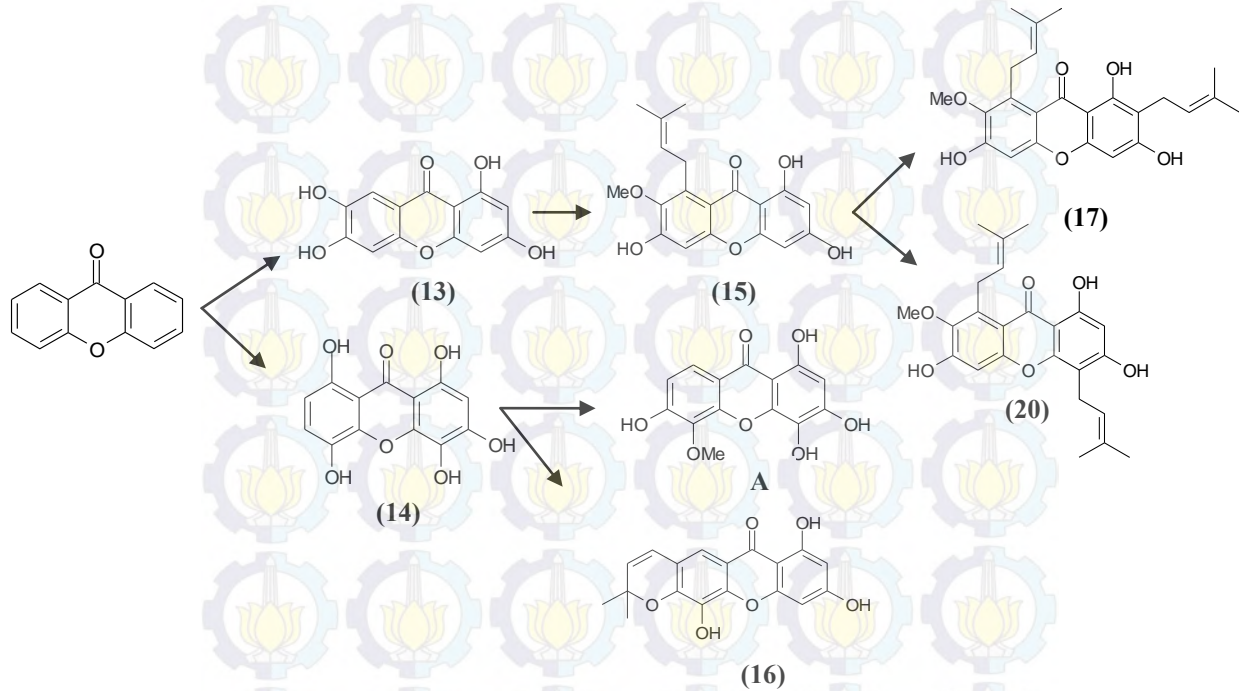
*** DMSO *d*-6 (^a 300 MHz; ^b 150 MHz)

** metanol *d*-4 (400MHz)



4.4 Jalur Biogenesis Senyawa-senyawa Hasil Penelitian *G. tetrandra* Pierre

Pada penelitian ini, senyawa hasil isolasi dari kayu batang *G. tetrandra* Pierre adalah senyawa A. Penelitian yang lebih dulu dilakukan telah berhasil memperoleh dua senyawa turunan santon yakni senyawa (13) dan (14) dari bagian kayu batang (Purwaningsih, 2006). Bagian kayu akar *G. tetrandra* Pierre diperoleh tiga senyawa turunan santon, yaitu 1,3,6,7-tetrahidroksisanton (13), dulsanton D (15) dan 1,3,5-trihidroksi-(6,7)-kromanosanton (16) (Ryanto, 2006). Penelitian selanjutnya pada bagian kulit batang berhasil mengisolasi senyawa α -mangostin (17) (Wahjuni, 2008) dan pada kulit akar berhasil diperoleh senyawa 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-4,8-diprenil santon (20) (Rizani, 2006). Berdasarkan jalur biogenesis pada Gambar 1.1, senyawa A dapat melengkapi satu tempat pada jalur biogenesis yakni berupa turunan senyawa (13). Pada jalur biogenesis masih terdapat turunan santon yang belum ditemukan pada penelitian ini, sehingga perlu dilakukan penelitian lanjut pada tumbuhan *G. tetrandra* Pierre sehingga dapat melengkapi jalur biogenesis pada Gambar 1.1. Senyawa-senyawa yang telah berhasil diisolasi memperlihatkan adanya keteraturan struktur molekul berdasarkan gugus-gugus yang tersubstitusi pada kerangka dasar santon serta adanya hubungan antara senyawa-senyawa santon yang telah berhasil diisolasi dari kulit batang, kulit akar, kayu batang dan kayu akar tumbuhan *G. tetrandra* Pierre seperti pada Gambar 4.9



Gambar 4.9 Jalur biogenesis Senyawa Turunan Santonin *G. tetrandia* Pierre

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

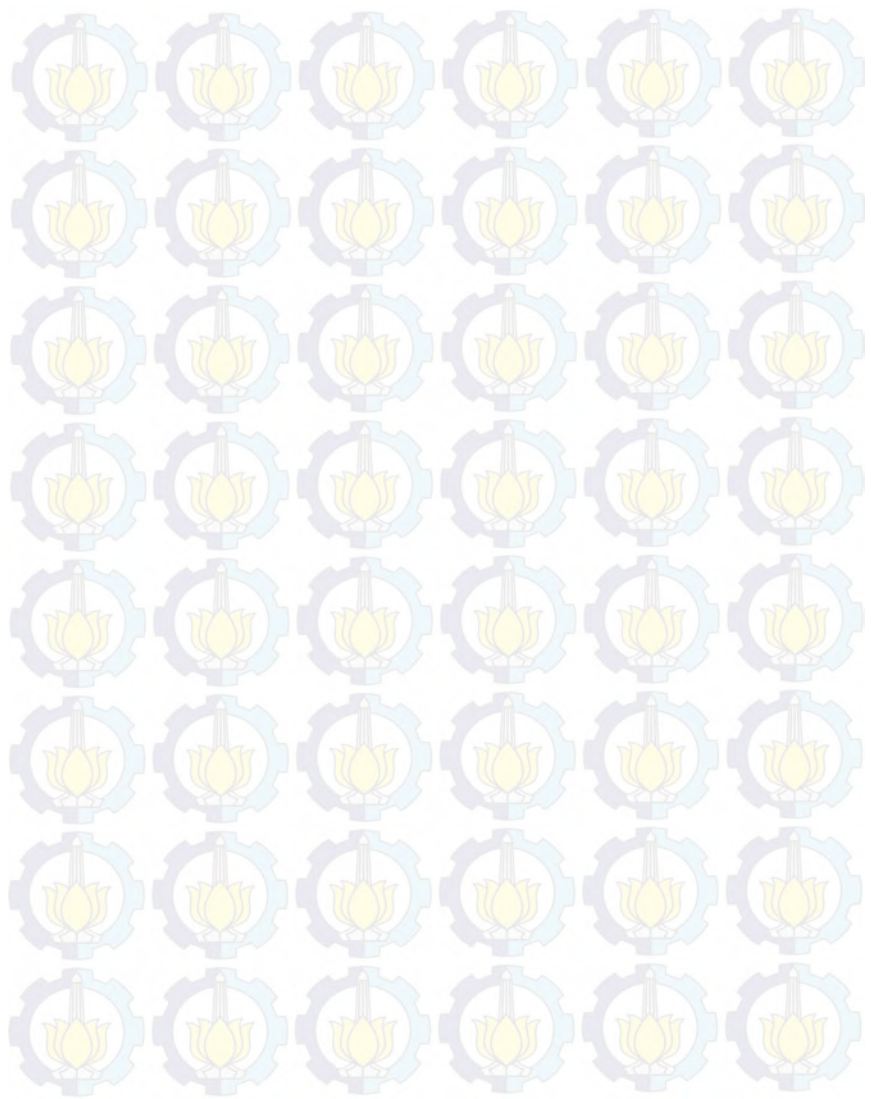
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa pada fraksi etil asetat kayu batang *G. tetranda* Pierre berhasil diisolasi senyawa turunan santon yakni 1,3,4,6-tetrahidroksi-5-metoksisanton (A). Senyawa (A) dapat menempati jalur biogenesis (Gambar 1.1) dan mempunyai pola keteraturan yang sama dengan senyawa-senyawa yang sudah ditemukan pada tumbuhan *G. tetranda* Pierre maupun spesies lain pada genus *Garcinia*.

5.2 Saran

Penelitian terhadap tumbuhan maupun fraksi *G. tetranda* Pierre perlu dilanjutkan, karena masih berpotensi ditemukan senyawa turunan santon sehingga dapat melengkapi jalur biogenesis. Pengujian bioaktivitas pada senyawa yang telah diisolasi dari *G. tetranda* Pierre perlu dilakukan, sehingga kebermanfaatan senyawa yang ditemukan dapat dirasakan oleh masyarakat umum.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR PUSTAKA

- Ampofo, S. A., Waterman, P. G. (1986) Xanthones from Three *Garcinia* Species. *Phytochemistry* **25** (10), 2351-2355.
- Astuti, S. E. Y. (2005) α -Mangostin dan 3-Isomangostin dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung (*Garcinia tetranda* Pierre). Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Bruice, P.Y (2001) Organic Chemistry. Prentice Hall, New Jersey.
- Deachathai, S., Mahabusarakam, W., Phongpaichit, S., Taylor, W.C., Zhang, Y.-J., Yang, C.-R. (2006) Phenolic Compounds from The Flowers of *Garcinia dulcis*. *Phytochemistry* **67**, 464-469.
- Dewick P. M. (2002) Medicinal Natural Products A Biosynthetic Approach 2nd ed. John Wiley & Sons, New York.
- Dutta, P., Sen, A., Sarkar, K., Banerji, N. (1987) Acid-catalysed cyclisations of xanthones: structure of a new xanthone from *Garcinia mangostana* Linn. *Indian J. Chem.* **26B**, 281-282.
- Ersam T. (2005) Pemberdayaan Keanekaragaman Hayati Hutan Tropika: Fenolat Terprenilasi dari *Artocarpus* dan *Garcinia* (Nangka dan Manggis). Prosiding Seminar Nasional Kimia, Universitas Negeri Surabaya, hal 22-23.
- Ersam, T. (2001) Senyawa Kimia Mikromolekul Beberapa Tumbuhan *Artocarpus* Hutan Tropika Sumatra Barat. Disertasi PPs. ITB, Bandung.
- Fessenden and Fessenden. (1986) Kimia Organik Jilid I. Erlangga, Jakarta.

- Goh, S. H., Jantan, I., Waterman, P. G. (1992) Neoflavonoid and Biflavonoid Constituent of *Chalophyllum inophylloide*. *J. Nat. Prod* **53** (5), 1415-1420.
- Gritter, R.J., Bobbitt, J.M., Schwarting, A.E. (1991) Pengantar Kromatografi Terbitan Kedua. ITB, Bandung.
- Harborne, J. B. (1987) Metode Fitokimia: Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan, Terbitan Kedua Terjemahan Kosasih Padmawinata dan Iwan Soediro. ITB, Bandung.
- Hart (1983) Organic Chemistry A Short Course 6th ed. Houghton Mifflin Company, Boston.
- Helfmann, E. (1983) Steroid dalam Kromatografi. Fundamentals and Application, Amsterdam.
- Heyne, K. (1987) Tumbuhan Berguna Indonesia. Jilid 3. Dept. Kehutanan, Jakarta.
- Hostettmenn (1986) Kromatografi Preparatif. ITB, Bandung.
- Iinuma M., Tosa H., Tanaka T., Asai F. and Shimano R. (1995) Two xanthenes with a 1,1-dimethylallyl group in root bark of *Garcinia subelliptica*. *Phytochemistry* **39**, 945–947.
- Iinuma, M., Tosa, H., Tanaka, T., Assay, F., Shimano, R., (1996) Occurance xanthoolignoid in *Guttifereous* Plants. *Heterocycles* **43** (7) 1521-1527.
- Ito, C., Itoigawa, M., Miyamoto, Y., Rao, K. S. and Furukawa, H., (1997) A novel depsidone and some new xanthenes from *Garcinia* species. *Chem. Pharm. Bull* **45** (1403–1413).
- Kennedy, John. (1990) Analytical Chemistry Principles. Sounders College Publishing, New York.
- Kosela S., Hu L.-H., Yip S.-C., Rachmatia T., Sukri T., Daulay T. S., Tan G.-K., Vittal J. J. and Sim K.-Y. (1999)

Dulxanthone E: a pyranoxanthone from the leaves of *Garcinia dulcis*. *Phytochemistry* **52**, 1375–1377.

Lannang A. M., Komguem J., Ngninzeke F. N., Tangmouo J. G., Lontsi D., Ajaz A., Choudhary M. I., Ranjit R., Devkota K. P. and Sondengam B. L. (2005) Bangangxanthone A and B, two xanthenes from the stem bark of *Garcinia polyantha* Oliv. *Phytochemistry* **66**, 2351–2355.

Lenny S. (2006) Karya Tulis Ilmiah Senyawa Terpenoid dan Steroid. Dept Kimia USU, Medan.

Maulina, D., Ersam T. (2006) Santon Diprenilasi dan Terprenilasi dari Fraksi Kloroform Kulit Batang *Garcinia tetranda* Pierre. Prosiding Seminar Nasional Kimia, Universitas Negeri Surabaya, hal 162-17.

McKee, J. R., Zanger, M. (1997) Essential of Organic Chemistry Small Scale Laboratory Experiments. Wm. C. Brown Publishers, Dubuque, USA.

McMurry J. (1999) Organic Chemistry 5th ed. Brooks / Cole, New York.

Meilani, A., Ersam T. (2006) Santon Terprenilasi dan Tersiklisasi dari Fraksi Nonpolar dan Ekstrak *n*-heksana pada Kulit Akar *Garcinia tetranda* Pierre. Prosiding Seminar Nasional Kimia, Universitas Negeri Surabaya, hal 57-66

Merza J., Aumond M.-C., Rondeau D., Dumontet V., Le Ray A.-M., Séraphin D. and Richomme P. (2004) Prenylated xanthenes and tocotrienols from *Garcinia virgata*. *Phytochemistry* **65**, 2915–2920.

Minami, H., Kuwayama, A., Yoshizawa, T., Fukuyama, Y. (1996) Novel prenylated xanthenes with antioxidant property from the wood of *Garcinia subelliptica*. *Chem. Pharm. Bull.* **44** (11), 2103-2106.

- Morita, H., Takahasi, Y., Noguchi, H., Abe, I. (2000) Enzymatic Formation of Natural Aromatic Poliketide by Chalkone Synthase. *Biochemical and Biophysical Research Communication* **279** (1), 190-195.
- Motomasa, K. (1998) Search for Biologically Active Substances from Marine Sponges. Prosiding Seminar Bioteknologi I (R. R. eds.), Puslit Oseanologi LIPI, Jakarta.
- Murniasih T. (2003) Metabolit Sekunder dari Spons sebagai Bahan Obat-obatan. *Oseana* **28**, 27 – 33.
- Nilar and Harrison L. J. (2002) Xanthoness from the heartwood of *Garcinia mangostana*. *Phytochemistry* **60**, 541–548.
- Nilar, Nguyen L.-H. D., Venkatraman G., Sim K.-Y. and Harrison L. J. (2005) Xanthoness and benzophenones from *Garcinia griffithii* and *Garcinia mangostana*. *Phytochemistry* **66**, 1718–1723.
- Niu S.-L., Li Z.-L., Ji F., Liu G.-Y., Zhao N., Liu X.-Q., Jing Y.-K. and Hua H.-M. (2012) Xanthoness from the stem bark of *Garcinia bracteata* with growth inhibitory effects against HL-60 cells. *Phytochemistry* **77**, 280–286.
- Oxtoby, David, W. (2008) Prinsip-prinsip Kimia Modern. Erlangga, Jakarta.
- Panthong K., Pongcharoen W., Phongpaichit S. and Taylor W. C. (2006) Tetraoxygenated xanthoness from the fruits of *Garcinia cowa*. *Phytochemistry* **67**, 999–1004.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S. (1990) Introduction to Organic Laboratory Techniques A Microscale Approach 2nd ed. Sounders College Publishing, New York.
- Peres, V., Nagem, T. J. (1997) Trioxygenated Naturally Occuring Xanthoness, *Phytochemistr*, **44**(2), 191-194, 200-203.

Peres, V., Nagem, T. J., and Oliveira, Fernando Faustino de. (2000) Tetraoxygenated Naturally Occuring Xanthone. *Phytochemistry* **55**, 683-710.

Pinheiro T. R., Filho V. C., Santos A. R. S., Calixto J. B., Monache F. D., Pizzolatti M. G. and Yunes R. A. (1998) Three xanthenes from *Polygala cyparissias*. *Phytochemistry* **48**, 725–728.

Purwaningsih, Yulia (2006) Dua Senyawa Santon Sebagai Antioksidan dari Kayu Batang *Garcinia tetranda* Pierre. Tesis, Program Studi Magister Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Riyanto, A. (2006) Isolasi dan Uji Antibakterial Senyawa Santon dari Kayu Akar *Garcinia tetranda* Pierre. Tesis, Program Studi Magister Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Rizani, N., Ersam T. (2006) Dua Senyawa Santon Diprenilasi dari Ekstrak Diklorometana Kulit Akar *Garcinia tetranda* Pierre. Prosiding Seminar Nasional Kimia, Universitas Negeri Surabaya, hal 370-380

Rodig, O.R., Bell, C. E., Clark, A. K. (1990) Organic Chemistry Laboratory Standard and Microscale Experiment. Saunders Collage Publishing, Forth Worth.

Rukachaisirikul V., Ritthiwigrom T., Pinsa A., Sawangchote P. and Taylor W. C. (2003) Xanthenes from the stem bark of *Garcinia nigrolineata*. *Phytochemistry* **64**, 1149–1156.

Schill, Goran (1978) Separation Methods. Swedish Phasma Centrical Press, Stockholm.

Schroder, J. (2000) The Family of Chalcone Synthase Related Proteins: Functional Diversity and Evolution. *Phytochemistry* **34**,55-59

Singh G. (2005) Plant Systematics an Integrated Approach. *In Science Publishers Inc.*, India.

Steenis (1997) *Flora*. Pradnya Paramita, Jakarta.

Sumaryono, W. (1999) Produksi Metabolit Sekunder Tanaman secara Bioteknologi. Prosiding Seminar Nasional Kimia Bahan Alam, Penerbit UI, Jakarta.

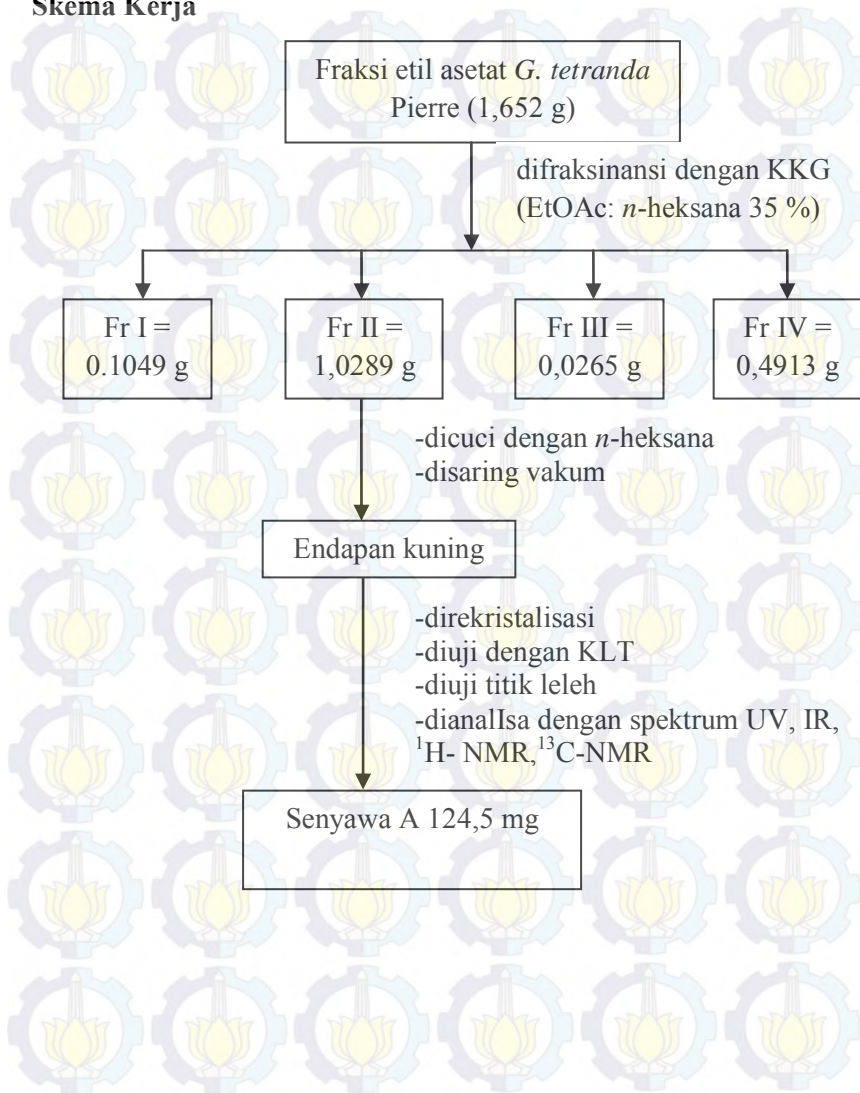
Underwood, R. M. (1998) Spectrometric Identification of Organic Compound. John Willey and Sons Inc, New York.

Wahjuni, Tri (2008) Dua Santon Terprenilasi dan Uji Antioksidan pada Ekstrak *n*-heksana Kulit Batang *Garcinia tetranda* Pierre. Tesis, Program Studi Magister Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Zhang Y., Song Z., Hao J., Qiu S. and Xu Z. (2010) Two new prenylated xanthenes and a new prenylated tetrahydroxanthone from the pericarp of *Garcinia mangostana*. *Fitoterapia* **81**, 595–599.

Lampiran 1

Skema Kerja



Lampiran 2

Pembuatan Larutan 1,5% $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$

- Membuat larutan H_2SO_4 1M dalam 100 mL

$$1\text{M} = \frac{m}{mr} \times \frac{1000 \text{ mL}}{\text{mL}}$$

$$1\text{M} = \frac{m}{98} \times \frac{1000 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$m = 9,8 \text{ g H}_2\text{SO}_4$$

- Membuat larutan 1,5 % $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$

$$1,5\% \text{ Ce}(\text{SO}_4)_2 = \frac{\text{g Ce}(\text{SO}_4)_2}{\text{g Ce}(\text{SO}_4)_2 + \text{g H}_2\text{SO}_4}$$

$$1,5\% \text{ Ce}(\text{SO}_4)_2 = \frac{X}{X + 9,8 \text{ g}}$$

$$X = 0,1492 \text{ g}$$

Jadi untuk membuat 1,5 % $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ dalam H_2SO_4 1M dibutuhkan 0,1492 g $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ dalam 100 mL H_2SO_4 1M.

Lampiran 3

Konversi % menjadi M

- Konversi 98% H_2SO_4

$$A \% = \frac{A \% \times \text{densitas} \left(\frac{\text{g}}{\text{L}} \right)}{\text{mr}}$$

$$98 \% \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{98 \% \times 1799 \frac{\text{g}}{\text{L}}}{98 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$= 17,99 \text{ M}$$

- Pengenceran H_2SO_4 1M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 18 \text{ M} = 100 \text{ mL} \times 1 \text{ M}$$

$$V_1 = 5,56 \text{ mL}$$

RIWAYAT PENULIS



Penulis dilahirkan di Gresik pada tanggal 16 April 1992 dengan nama lengkap Rizky Viviyanti. Anak kedua dari dua bersaudara ini adalah alumnus TK Dharma Wanita Gending Gresik, SDN Gending Gresik, SMPN 3 Gresik dan SMAN 1 Gresik. Tahun 2010 penulis diterima di Jurusan Kimia FMIPA ITS melalui jalur SNMPTN. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif dan berpartisipasi dalam organisasi kemahasiswaan diantaranya HIMKA (Himpunan Mahasiswa Kimia) ITS, CIS (Chemistry Islamic Studies) ITS, BEM (Badan Eksekutif Mahasiswa) ITS serta menjadi pemandu LKMM TM. Selain itu, penulis yang gemar mendengarkan musik ini pernah menjadi asisten Kimia Dasar I dan II, Kimia Organik dan Sintesis Senyawa Organik. Penulis sempat mengambil kerja praktek di Semen Gresik dan ditempatkan di Laboratorium Pengembangan Produk dan Aplikasi. Penulis menamatkan studi di jurusan kimia dengan mengambil tugas akhir pada bidang isolasi kimia bahan alam.